

На правах рукописи

Скулкина Надежда Александровна

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НАМАГНИЧЕННОСТИ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА
КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ, АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
МАГНИТОМЯГКИХ МАТЕРИАЛОВ

(01.04.11 – физика магнитных явлений)

Автореферат диссертации на соискание ученой
степени доктора физико-математических наук

Екатеринбург
2008 г.

Работа выполнена в Уральском государственном университете им. А.М. Горького на кафедре физики магнитных явлений и в отделе магнетизма твердых тел НИИ физики и прикладной математики.

Научный консультант доктор физико-математических наук,
профессор Иванов Олег Андриянович

Официальные оппоненты доктор физико-математических наук,
профессор Драгошанский Юрий
Николаевич

доктор физико-математических наук,
профессор Спивак Лев Волькович

доктор физико-математических наук,
профессор Исхаков Рауф Садыкович

Ведущая организация ГОУ ВПО Уральский государственный
технический университет – Уральский
политехнический институт.

Защита состоится ____ 2008 года в ____ часов

на заседании диссертационного совета Д 212.286.01 при Уральском
государственном университете им. А.М. Горького по адресу: 620083,
Екатеринбург, пр. Ленина, 51, ауд. 248.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Уральского
государственного университета им. А.М. Горького

Автореферат разослан ____ 2008 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физико-математических наук,

Н.В. Кудреватых

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования.

В настоящее время магнетизм представляет собой широкую научную область, а магнитные материалы нашли разнообразное практическое применение [1]. Совокупность магнитных материалов подразделяют на магнитомягкие и магнитотвердые материалы. Магнитомягкие материалы используют, в основном, в электротехнике. Трансформаторные и динамные стали применяют в качестве сердечников магнитопроводов в трансформаторах, электрогенераторах и моторах, дросселях и накопителях. Кроме магнитной проницаемости и коэрцитивной силы к числу наиболее важных характеристик магнитомягких материалов относятся удельные магнитные потери, поскольку такие материалы чаще всего используют в переменных магнитных полях. Высокий уровень магнитных свойств магнитомягких материалов достигается в результате уменьшения энергии магнитной кристаллографической анизотропии и магнитоупругой энергии, а также за счет повышения их чистоты и однородности. К материалам, обладающим высокой проницаемостью, относятся пермаллои (сплавы Fe-Ni). Их преимуществом является хорошая технологичность, что позволяет получить ленты толщиной до 0,5 мкм и расширить частотный диапазон их применения. Технология заковки из расплава помогает решить проблему производства лент и проволок на основе трудно деформируемых сплавов, а также получать ленты магнитомягких сплавов с аморфной структурой на основе Fe, Co и Ni, содержащих около 20 ат. % металлоида. Особенности химического состава и структуры аморфных магнитомягких сплавов приводят к формированию уникального сочетания магнитных, электрических, механических свойств и существенно расширяют номенклатуру магнитомягких материалов. При использовании магнитомягких материалов в фильтрах, стабилизаторах частоты и других устройствах большое значение имеет температурная стабильность магнитных свойств.

Ферритовые и металлические магнитострикционные материалы применяются для изготовления магнитострикционных преобразователей. Для магнитострикционных излучателей звука большое значение имеет величина магнитострикции насыщения, которая определяет предельную мощность в условиях нагрузки. Наиболее распространенными металлическими магнитострикционными материалами являются никель и сплавы на его основе, а также железокобальтовые и железоалюминиевые сплавы. Формирование кристаллографической текстуры оказывает существенное влияние на уровень магнитных свойств.

Магнитные свойства магнитомягких материалов зависят также от вида доменной структуры, ширины доменов, типа доменных границ, участвующих в процессах намагничивания и перемагничивания материала, их степени стабилизации, следовательно, и скорости движения доменных границ [2-5]. Определенные физические воздействия могут приводить к изменению кристаллической структуры образцов и к изменению их доменной структуры. Амплитудные и фазовые изгибы доменных границ в процессе

перемагничивания и дробление доменной структуры с ростом частоты приводят к изменению скорости движения границ доменов и оказывают влияние на динамические характеристики и уровень удельных магнитных потерь [6-9]. Наиболее достоверную модель внутренней доменной структуры непрозрачного материала можно построить на основании совместных исследований вида поверхностной доменной структуры и измерения магнитострикции.

Развитие отраслей промышленности, которые используют магнитомягкие материалы, требует совершенствования наукоемких технологий. Улучшение свойств магнитомягких материалов, создание новых перспективных материалов с заданными свойствами невозможно без изучения физики процессов, протекающих при их намагничивании и перемагничивании. Изучение влияния различных процессов и факторов на магнитные свойства лежит в основе сознательного подхода к формированию требуемого уровня магнитных свойств. Кроме того, решение обозначенных выше вопросов вносит весомый вклад в развитие науки, поэтому интересно и с научной точки зрения. Следовательно, тема настоящих исследований является актуальной.

В основу проведенных исследований для широкого класса ферромагнитных магнитомягких материалов (кристаллических, нанокристаллических и аморфных) заложены измерения комплекса магнитных свойств, таких как удельные магнитные потери, в широком диапазоне частот, индукций и температур, квазистатические кривые намагничивания и петли магнитного гистерезиса, кривые магнитострикции.

К моменту начала настоящих исследований (семидесятые годы прошлого века) изучение причин преобладания экспериментально измеренных значений удельных магнитных потерь в динамическом режиме перемагничивания над теоретически рассчитанными без учета доменной структуры материала проводили по двум направлениям. Первая группа ученых на основе только вихретокового механизма занималась исследованием влияния скорости движения доменных границ на удельные магнитные потери в металлических магнитомягких материалах. Проведены теоретические расчеты удельных магнитных потерь с учетом влияния амплитудных и фазовых изгибов доменных границ и для комнатной температуры получено удовлетворительное соответствие с экспериментальными данными [7-10]. Другая группа исследователей занималась выявлением физических процессов, способствующих превращению энергии электромагнитного поля во внутреннюю энергию (механизмов магнитных потерь). Кроме макро- и микровихревых токов выявлены следующие механизмы: спин-спиновая релаксация, магнитострикционная деформация в движущихся доменных стенках, внутриграницные возбуждения, магнитоупругое взаимодействие доменных границ с дефектами кристаллической решетки [11-15].

Вклад различных механизмов в удельные магнитные потери при одних и тех же условиях перемагничивания осуществляется одновременно, а отсутствие комплексных систематических исследований магнитных свойств широкого класса электротехнических материалов не позволяло сделать выводы о

возможном вкладе того или иного механизма в удельные магнитные потери или преобладании некоторых из них. Кроме того, изменение температуры приводит к нарушению соответствия теоретически рассчитанных и экспериментально измеренных значений удельных магнитных потерь. Таким образом, модельные представления, на основе которых проводили теоретические расчеты удельных магнитных потерь, объясняют экспериментально наблюдаемые зависимости лишь качественно.

Сложность реального характера движения доменных границ в процессе намагничивания и перемагничивания не дает возможности получения удовлетворительного соответствия с экспериментально измеренными значениями, поскольку учитываются не все факторы, приводящие к изменению скорости движения доменных границ, и не анализируется возможное перераспределение намагниченности в образцах. Существенным недостатком является также и то, что все расчеты проведены для одних и тех же условий: при комнатной температуре, что не позволяет отделить влияние констант материала от изменения условий перемагничивания.

Аморфные магнитные материалы являются сравнительно новым классом магнитных материалов. Они существенно отличаются от кристаллических своей структурой, физическими и магнитными свойствами. В связи с отсутствием атомного упорядочения существенно снижается роль магнитной кристаллографической анизотропии, более ярким становится проявление роли магнитоупругой энергии в формировании уровня магнитных свойств [16]. Сравнительно меньшая плотность аморфных сплавов обеспечивает возможность протекания в них диффузионных процессов уже при комнатных температурах. Эти сплавы достаточно перспективны для применения их в промышленности, особенно при высоких частотах. Аморфные магнитные материалы являются интересным объектом для исследований с научной и практической точек зрения. Оптимизация уровня их физических свойств невозможна без понимания механизмов протекающих в них процессов.

По сравнению с кристаллическими материалами для аморфных сплавов с достаточно высокой степенью вероятности нельзя построить конкретную модель доменной структуры и из-за того, что они обладают низкой анизотропией, и их доменная структура не является сквозной. Вид поверхностной доменной структуры чувствителен к химически активным средам. Тензометрический метод измерения кривых магнитострикции не позволяет получить достоверную информацию о процессах намагничивания и распределении намагниченности в ленте, поскольку напряжения, индуцируемые пленкой клея, приводят к перераспределению намагниченности в ленте. Таким образом, в связи со слабо выраженной кристаллографической анизотропией в быстрозакаленных магнитомягких сплавах, их высокой чувствительностью к напряжениям и химически активным средам, отсутствуют методики, позволяющие достаточно быстро и надежно определять распределение намагниченности в этих сплавах. Знание этого фактора способствует пониманию особенностей протекания процессов намагничивания и перемагничивания в исследуемых материалах.

Магнитные свойства ленты аморфного магнитомягкого сплава зависят от структурного состояния ее поверхностного слоя и матрицы. Обычные методы рентгеноструктурного анализа неприменимы в этом случае. Модифицированный метод рентгенодифрактометрических исследований структуры приповерхностных слоев в параллельных скользящих лучах является достаточно трудоемким.

В закаленном состоянии аморфные ленты обладают сравнительно низкими свойствами из-за достаточно высокого уровня внутренних напряжений, обусловленных процессом закалки. Улучшение магнитных свойств аморфных лент после проведения термо- и термоманнитных обработок достигается, как правило, за счет снижения уровня внутренних закалочных напряжений. До настоящих исследований считали, что именно снижение внутренних напряжений является основной и практически единственной причиной улучшения магнитных свойств в результате термообработки. Сложность проведения и воспроизведения термических обработок применительно к лентам аморфных магнитомягких сплавов заключается в необходимости контроля нескольких параметров, например, таких как оптимальная температура отжига и длительность выдержки при этой температуре, скорость нагрева и охлаждения, атмосфера отжига и т. п. Тем не менее, высокую неоднородность уровня магнитных свойств образцов аморфной ленты после отжига, проведенного одновременно, и, следовательно, в одинаковых условиях, невозможно объяснить учетом лишь этой причины. Считается, что проведение термической обработки лент аморфных сплавов на воздухе не должно приводить к окислению поверхности из-за низких температур изотермической выдержки. Оптимизация уровня магнитных свойств ленты с помощью термической обработки невозможна без понимания физических причин их изменения. Важную роль в понимании особенностей протекания процессов намагничивания и перемагничивания в лентах аморфных магнитомягких сплавов играет установление взаимосвязи распределения намагниченности в ленте с магнитными характеристиками. Эффективность термической обработки также связана с распределением намагниченности в ленте.

Уровень магнитных свойств ленты аморфного магнитомягкого сплава зависит также и от ее структуры, которая, в свою очередь, связана со структурой расплава. Из литературы известно, что увеличение температуры расплава приводит к улучшению его однородности. При этом повышается степень однородности структуры и аморфной ленты [17]. Термовременная обработка расплава перед аморфизацией (ТВО) заключается в нагреве расплава до критической температуры и выдержке перед разливкой при минимально допустимых температурах. Отмечается, что в результате этого уменьшается содержание газов в металле, происходит упрочнение ленты, исчезает зависимость магнитной индукции от толщины ленты в интервале толщин (10-30) мкм и снижается анизотропия свойств. Тем не менее, отсутствуют систематические исследования взаимосвязи степени однородности расплава с распределением намагниченности и комплексом магнитных свойств ленты.

Вследствие пониженной плотности аморфных сплавов и высокой химической активности их поверхности даже окружающая атмосфера может являться химически активной средой для этих материалов. Взаимодействие поверхности ленты с химически активными средами приводит к изменению химсостава ее поверхностного слоя, что, в свою очередь, оказывает влияние на уровень магнитных свойств и распределение намагниченности в ленте. Насыщение лент аморфных сплавов водородом приводит к существенному изменению свойств материала. Известно, что водород легко диффундирует как в кристаллических, так и в аморфных сплавах и, следовательно, оказывает влияние на свойства материалов, зависящие от диффузии [18-20]. Изучение этих вопросов также интересно и с научной, и с практической точек зрения.

С целью устранения гальванического контакта и уменьшения магнитных потерь на макровихревые токи в сердечниках из листового материала применяют электроизоляционные покрытия. В литературе показано, что электроизоляционные покрытия являются магнитоактивными, т.е. создают плоские направленные напряжения, способствующие дроблению доменной структуры и снижению скорости движения доменных границ, следовательно, и удельных магнитных потерь [4]. Взаимодействие покрытия с поверхностью листа связывается с адгезией, т.е. действием межмолекулярных сил. Индуцирование покрытием плоских растягивающих напряжений объясняется различием коэффициентов термического расширения покрытия и металла, а псевдоодноосное растяжение вдоль оси текстуры – анизотропией модулей упругости. Применение лент аморфных магнитомягких сплавов в качестве магнитопроводов, работающих в области высоких частот, предполагает формирование электроизоляционных покрытий на их поверхности. Разработанные составы покрытий для лент аморфных магнитомягких сплавов не дают устойчивого эффекта. Кроме того, формируемые на поверхности ленты покрытия тоже являются магнитоактивными и создают плоские псевдоодноосные напряжения, причина которых неизвестна, поскольку в них практически отсутствует анизотропия модулей упругости. Выяснение характера взаимодействия покрытия с поверхностью ленты позволит понять причины влияния электроизоляционных покрытий на магнитные свойства аморфных сплавов, оптимизировать это воздействие и получить устойчивый эффект. Поэтому вопрос, касающийся выяснения физических причин влияния электроизоляционных покрытий, является достаточно важным. Использование листовых электротехнических материалов с электроизоляционным покрытием в магнитоотрицательных преобразователях и других аналогичных устройствах предъявляет совершенно иные требования к покрытиям: они не должны снижать магнитоотрицательность насыщения. Следовательно, спектр используемых электроизоляционных покрытий должен быть существенно расширен.

Решение этих вопросов требует проведения систематических исследований комплекса магнитных свойств, включающего в себя зависимость магнитных потерь от индукции и частоты при разных температурах для широкого класса магнитомягких материалов.

Основные цели и задачи исследований.

В соответствии с вышеизложенным, целью настоящей работы является *выявление роли распределения намагниченности в формировании уровня магнитных свойств кристаллических, аморфных и нанокристаллических магнитомягких материалов.*

Для достижения цели решаются следующие задачи:

1. Определение потенциального вклада известных механизмов в удельные магнитные потери и выявление механизмов, наиболее вероятных для электротехнических материалов.
2. Установление влияния распределения намагниченности (магнитной текстуры) на магнитные свойства электротехнических материалов и их температурное изменение для аморфных, нанокристаллических, моно- и поликристаллических текстурованных электротехнических материалов.
3. Применительно к быстрозакаленным магнитомягким сплавам разработка методов определения
 - распределения намагниченности в лентах;
 - достижения оптимальной толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя;
 - оптимальных параметров термической обработки.
4. Выявление физических причин влияния термической обработки на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов.
5. Установление связи распределения намагниченности и магнитных свойств с особенностями структурного состояния лент быстрозакаленных магнитомягких сплавов. Выявление а) физических причин влияния состояния поверхностного слоя ленты на распределение намагниченности и уровень магнитных свойств аморфной матрицы; б) физических причин воздействия электроизоляционных покрытий на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов.

Решение поставленных задач достигается с помощью:

1. Проведения систематического исследования магнитных свойств кристаллографически изотропных электротехнических материалов при вариации удельного электросопротивления, констант магнитострикции и магнитной кристаллографической анизотропии.
2. Исследования комплекса магнитных свойств при изменении условий перемагничивания аморфных, нанокристаллических, моно- и поликристаллических образцов, анизотропное распределение намагниченности в которых существует на базе кристаллографической текстуры или создается с помощью различных физических воздействий.
3. Проведения исследований, позволяющих
 - с помощью изучения мессбауэровских спектров установить однозначную связь распределения намагниченности в ленте с ее магнитными характеристиками;

- на основе результатов, полученных с помощью модифицированного метода рентгеновской дифракции для исследования структуры приповерхностных слоев в параллельных скользящих лучах выявить структурочувствительную характеристику и ее зависимость от толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя, позволяющую установить достижение его оптимальной толщины в процессе отжига;
 - установить связь эффективности термической обработки с уровнем магнитных свойств ленты в исходном (закаленном) состоянии.
4. Исследования влияния среды отжига и распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов на эффективность термической обработки.
5. Изучения
- а) связи структурного состояния матрицы и поверхности лент быстрозакаленных сплавов, изменение которых происходит в результате различных физических воздействий (термовременной обработки расплава перед аморфизацией, термической, термомагнитной, локальной лазерной обработок, электролитического насыщения поверхности ленты водородом и кислородом, взаимодействия с химически активной средой), с распределением намагниченности и магнитными свойствами лент быстрозакаленных магнитомягких сплавов;
 - б) влияния электроизоляционных покрытий различной морфологии на магнитные свойства магнитомягких электротехнических материалов; разработки покрытий и способов их формирования, не снижающих магнитострикцию насыщения магнитострикционных материалов.

В работе получены и *выносятся на защиту следующие новые научные и практически значимые результаты:*

- Установлена взаимосвязь распределения намагниченности с магнитными свойствами аморфных, нанокристаллических, моно- и поликристаллических текстурованных электротехнических материалов и их температурным изменением.
- На основе совместных исследований магнитных свойств и мессбауэровских спектров разработан экспресс-метод определения распределения намагниченности (магнитных фаз) в объеме лент аморфных магнитомягких сплавов, позволивший установить взаимосвязь распределения намагниченности с уровнем магнитных свойств.
- Впервые обнаружено аномальное увеличение магнитных потерь за цикл перемагничивания в области низких частот и выявлены основные физические причины формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь. Экспериментально доказано, что пик, наблюдаемый при частотах 20-40 Гц, формируется при участии смещения 90-градусных доменных границ в процессе перемагничивания, имеет сложную мультиплетную структуру и удовлетворительно объясняется релаксацией в процессе перемагничивания осей разных типов пар элементов (например, Si-B, C-B, B-B и т.п.).

- Выявлены физические причины влияния термической обработки на воздухе на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов. Показано, что кроме снятия индуцированных закалкой внутренних напряжений существенное влияние на уровень магнитных свойств оказывают влияние псевдоодноосные плоские напряжения, обусловленные анизотропным насыщением ленты водородом и кислородом из-за взаимодействия ее поверхности с находящимися в воздухе водяными парами и связанной с этим анизотропной кристаллизацией ее поверхности.
- Выявлены физические причины взаимодействия поверхности ленты с различными химически активными средами. Показано, что в результате химического взаимодействия индуцируются псевдоодноосные напряжения, связанные с распределением намагниченности в исходном состоянии и обусловленные анизотропным внедрением атомов различных элементов в поверхностный слой ленты, которые вызывают перераспределение намагниченности в ленте и соответствующее изменение магнитных свойств; взаимодействие поверхности ленты с атмосферой обусловлено действием дисперсионных сил (физической адсорбцией) и тоже приводит к перераспределению намагниченности в ленте за счет псевдоодноосных напряжений, обусловленных анизотропным расположением адсорбата. Выявлен механизм влияния электроизоляционных покрытий разной морфологии на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов, который тоже связан с индуцированием псевдоодноосных напряжений в плоскости ленты из-за анизотропного внедрения элементов покрытия в поверхностный слой ленты, а также анизотропного окислирования и наводороживания ее поверхности с образованием избыточной концентрации элементов внедрения в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности.
- Комплексные систематические исследования температурной зависимости магнитных свойств электротехнических материалов позволили сформулировать рекомендации по температурным диапазонам их рационального применения и улучшению термостабильности магнитных свойств.
- Установлено, что для получения высокого уровня магнитных свойств в результате термической обработки необходимо формирование поверхностного аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины (например, для сплава Fe-B-Si-C толщиной 25 мкм глубина такого слоя составляет 30-50 нм). Повышение эффективности термической обработки на воздухе может быть достигнуто также за счет предварительной обработки паром поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов и повышения скорости охлаждения в процессе обработки.
- Показано, что устойчивость к нагреву эффекта локальной лазерной обработки лент аморфных магнитомягких сплавов связана с частичной кристаллизацией поверхности в месте прохождения луча лазера. Наиболее

эффективное улучшение магнитных свойств ленты достигается при совместном применении локальной лазерной и термомагнитной обработок.

- Выявление физических причин влияния электроизоляционных покрытий на магнитные свойства электротехнических материалов позволило
 - для магнитострикционных материалов разработать составы электроизоляционных покрытий, не снижающих магнитострикцию насыщения, и способы их формирования;
 - разработать составы и способы формирования многофункциональных электроизоляционных покрытий для лент быстрозакаленных магнитомягких сплавов;
 - сформулировать общие рекомендации по достижению желаемого эффекта при помощи электроизоляционных покрытий.

Научная и практическая ценность результатов.

Представленные в диссертационной работе результаты исследования взаимосвязи распределения намагниченности с магнитными свойствами достаточно широкого класса электротехнических материалов способствуют более глубокому пониманию физики процессов и явлений, протекающих при их намагничивании и перемагничивании. Они служат основой для дальнейших теоретических и экспериментальных исследований, особенно в части, касающейся лент быстрозакаленных магнитомягких сплавов. Выявление физических причин влияния термической обработки на распределение намагниченности и магнитные свойства позволит осуществить осознанный подход к оптимизации уровня магнитных свойств лент аморфных магнитомягких сплавов. Установленные механизмы влияния электроизоляционных покрытий содействуют осознанному выбору компонентов раствора электроизоляционного покрытия, способа формирования и его морфологии для получения желаемого устойчивого эффекта.

Апробация работы.

По результатам диссертационной работы представлено около 65 докладов на 35 научных конференциях и совещаниях. В их число входят Российские научно-технические конференции в Иркутске (1982, 1992 гг.), Липецке (1985, 1995 гг.), Свердловске (1985, 1986, 1987, 1989 гг.), Ижевске (1995 г.), Екатеринбурге (2007 г.); конференции Всесоюзного уровня и межгосударственные семинары в Донецке (1977 г.), Аше (1981 г.), Москве (1984 г.), Липецке (1988 г.), Ростове Великом (1991 г.), Минске (1991 г.), Обнинске (1993, 1995, 1999 гг.); международные конференции: Soft magnetic materials 4: Munster, 1979; 4th European East-West Conference and Exhibition on materials and Process: St-Petersburg (Russia) 1993; Soft Magnetic Materials Conference: Cracov, 1995; 9th International conference on Rapidly quenched and metastable materials Bratislava: 1996; Soft Magnetic Materials 13 Conference: Grenoble, 1997; International Conference Texture and Properties of Materials, Ekaterinburg: 1997; VIII International Seminar Dislocation Structure and Mechanical Properties of Metals and Alloys: Ekaterinburg, 1999; Soft Magnetic Materials 14

Conference: Balatonfured, 1999; Аморфные прецизионные сплавы. Технология – Свойства – Применение: Москва, 2000; EASTMAG: Екатеринбург, 2001; Международного семинара ДСМСМС-2002, Екатеринбург, 2002; International conference Functional Materials: Crimea, Ukraine, 2003; EASTMAG – 2004, Krasnoyarsk, Russia. По результатам диссертационной работы опубликовано около 40 научных статей, получены патент и 3 авторских свидетельства на изобретение.

Достоверность результатов проведенных исследований.

Научные положения, выводы и рекомендации основываются на экспериментальных результатах, достоверность которых подтверждается применением современных и апробированных экспериментальных методик, статистическим характером экспериментальных исследований, анализом погрешностей измерений, применением компьютерных технологий обработки данных. Достоверность научных положений и выводов базируется также на непротиворечивости и качественном соответствии результатов систематического исследования комплекса магнитных свойств для различных электротехнических материалов. Представленные в диссертации результаты исследований не противоречат результатам других исследователей, опубликованным в открытой печати.

Основные результаты, полученные лично автором.

Автор диссертационной работы непосредственно участвовал в разработке новых оригинальных методик исследования для аморфных магнитомягких сплавов. Им осуществлена постановка задач по выявлению физических причин возникновения низкочастотной аномалии магнитных потерь, влияния термической обработки и электроизоляционных покрытий на распределение намагниченности и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов, установлению взаимосвязи структуры поверхностного слоя с уровнем магнитных свойств. Все представленные в диссертации результаты получены при непосредственном участии автора. Непосредственно автором или при его прямом участии дана интерпретация полученных результатов, предложены представленные в диссертации новые физические модели. В коллективных публикациях автору принадлежат защищаемые в диссертации положения и выводы. Тексты всех публикаций, в которых автор занимает первую позицию, написаны лично диссертантом, в остальных публикациях участие автора заключается в получении и обсуждении результатов.

Структура диссертации.

Диссертация состоит из введения, пяти основных разделов, содержащих оригинальные результаты, заключения и основных выводов. Диссертация изложена на 372 страницах, включая 166 рисунков, 75 таблиц и список использованных источников из 322 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ.

Анализ использованных источников в некоторой степени проведён во введении, а также во вступлениях к соответствующим главам и по ходу изложения оригинального материала. Во введении обоснована актуальность проводимых исследований, сформулированы основные цели и поставлены задачи исследования.

В первой главе представлены сведения об объектах исследования и используемых в настоящей работе методиках проведения исследований. Объекты исследования представляют собой широкий спектр кристаллических, аморфных и нанокристаллических электротехнических материалов. Подробно изложены оригинальные методики идентификации состояния поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов, определения распределения намагниченности (магнитных фаз) в лентах аморфных магнитомягких сплавов и нахождения оптимальных параметров термической обработки. Все оригинальные методики базируются на результатах систематических исследований комплекса магнитных свойств.

В основу методики идентификации состояния поверхности ленты легла зависимость максимальной магнитной проницаемости от толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя, полученная с помощью модифицированного метода рентгеновской дифракции исследования структуры приповерхностных слоев в параллельных скользящих лучах (рис.1). Аналогичный вид имеет и зависимость максимальной магнитной проницаемости от длительности изотермической выдержки при термообработке, поскольку вариация этого параметра при неизменных других приводит к изменению структуры поверхностного слоя (рис. 2).

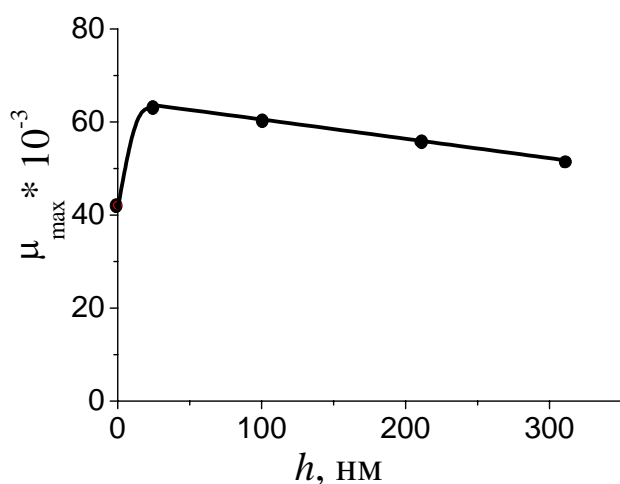


Рис. 1. Зависимость максимальной магнитной проницаемости от толщины h поверхностного аморфно-кристаллического слоя.

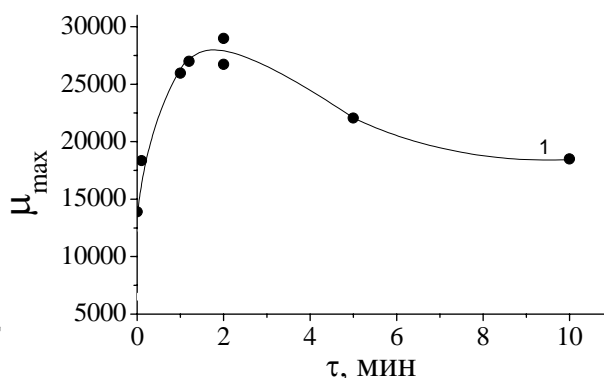
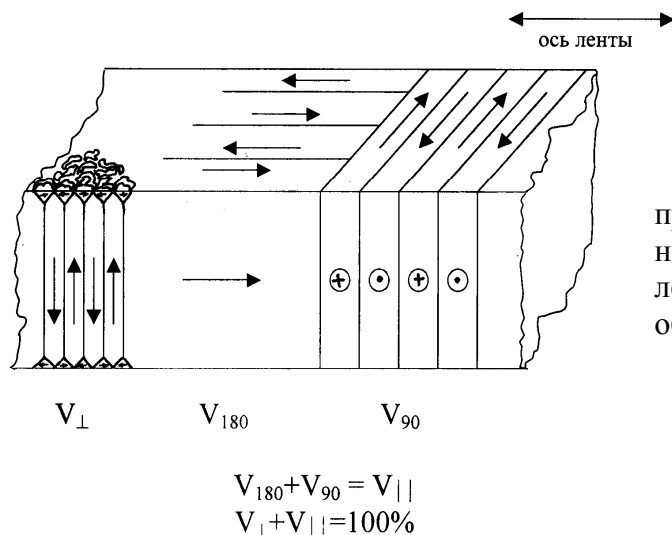


Рис. 2. Типичная зависимость максимальной магнитной проницаемости от длительности изотермической выдержки во время термической обработки.

Распределение намагниченности в лентах аморфных сплавов (концентрацию фаз) определяли в рамках упрощенной модели, считая, что намагниченность в таких образцах распределена вдоль трех основных направлений, выделенных геометрией образца (по сути, речь идет о проекциях намагниченности на эти направления) (рис. 3).



Относительный объем доменов с ортогональной намагниченностью устанавливали по корреляционной зависимости, полученной с помощью мессбауэровских исследований, между максимальными значениями остаточной индукции, и объемом доменов с ортогональной намагниченностью (рис. 4).

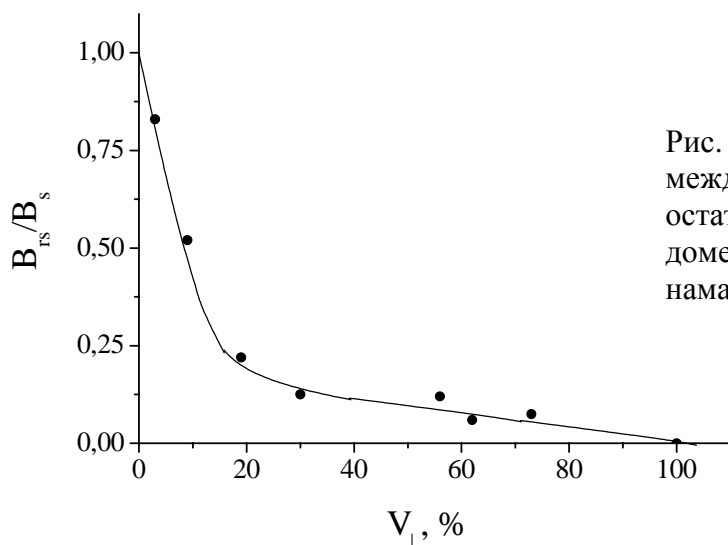


Рис. 4. Корреляционная зависимость между относительными значениями остаточной индукции, и объемом доменов с ортогональной намагниченностью.

Относительные объемы доменов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль V_{180} и поперек V_{90} оси образца определяли с помощью измеренной по частным петлям гистерезиса зависимости остаточной индукции от максимальной, типичный вид которой показан на рис.5. Видно, что из-за

разной степени стабилизации доменных границ на этой зависимости можно выделить три участка, соответствующие различным процессам: смещению 180-, 90-градусных доменных границ и обратимому вращению намагниченности. Значения соответствующих объемов можно определить с помощью следующих формул: $V_{180} = B_{r180}/B_{rs} * V_{||}$, $V_{90} = V_{||} - V_{180}$.

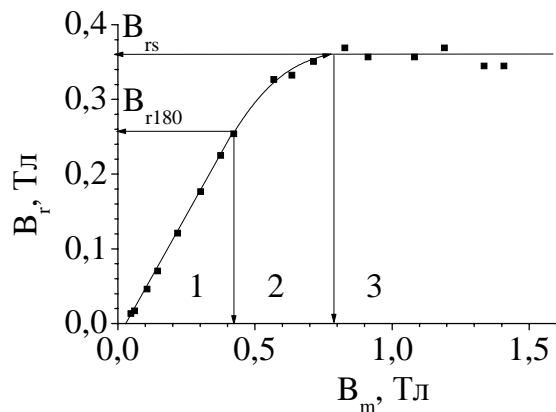


Рис.5. Типичная зависимость остаточной индукции от максимальной для образцов магнитомягких аморфных сплавов.

Исследования показали, что наиболее сильное влияние на значение максимальной магнитной проницаемости оказывает объем доменов с ортогональной намагниченностью. Поскольку в закаленном состоянии значения такого объема в основном связано с уровнем внутренних напряжений в ленте, то длительность изотермической выдержки при определенной температуре во время термообработки, необходимая для получения оптимального уровня магнитных свойств, зависит от распределения намагниченности в исходном состоянии ленты. Следовательно, подобрав температуру выдержки и проведя предварительные исследования можно построить корреляционную зависимость между объемом доменов с ортогональной намагниченностью в закаленном состоянии и оптимальной длительностью изотермической выдержки при определенной температуре (рис. 6), которую можно успешно использовать при проведении дальнейших исследований с образцами этого сплава.

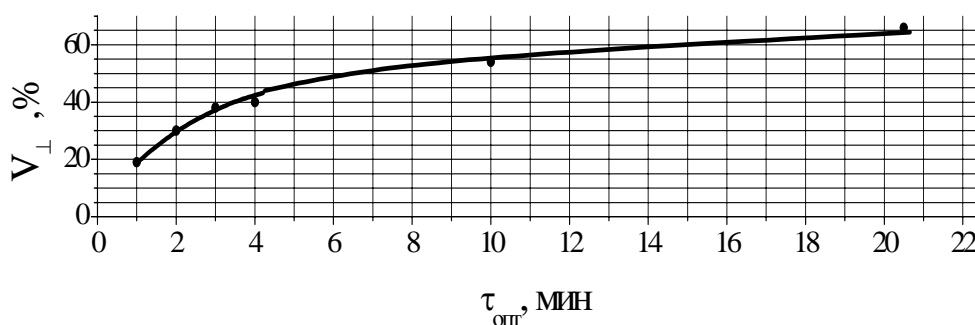


Рис. 6. Корреляционная зависимость между длительностью изотермической выдержки при 380°C на воздухе и значениями V_{\perp} в закаленном состоянии ленты сплава $Fe_{81}B_{13}Si_4C_2$.

Во второй главе приведены результаты исследования возможного вклада различных механизмов в удельные магнитные потери электротехнических материалов. Вариацию вклада различных механизмов осуществляли соответствующей вариацией основных констант материала с помощью изменения температуры (от -196 до 300°C) и состава сплава. Оценки возможного вклада различных механизмов в удельные магнитные потери проводили для поликристаллических нетекстурованных образцов кремнистого железа с содержанием кремния от 3,8 до 6,5% и никель-цинкового феррита 600НН с высоким значением удельного электросопротивления. Показано, что для мелкозернистого нетекстурованного поликристаллического материала с низкими значениями удельного электросопротивления при частотах ($50 \div 1000$) Гц преобладающим является вклад вихревого механизма и магнитоупругого взаимодействия доменных границ с дефектами кристаллической решетки. Температурная зависимость удельных магнитных потерь обусловлена соответствующим изменением вклада этих механизмов при изменении температуры. Для текстурованных материалов со сравнительно широкими доменами преобладающим является вклад вихревого механизма.

В третьей главе представлены результаты исследования взаимосвязи распределения намагниченности и магнитных свойств моно- и поликристаллических текстурованных электротехнических материалов. Интересным результатом является температурная зависимость магнитных свойств, полученная для монокристаллических рамок Fe-3\%Si $\langle 110 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3=90^{\circ}$) и $\langle 100 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3=0^{\circ}$) (см. рис. 7 и 8).

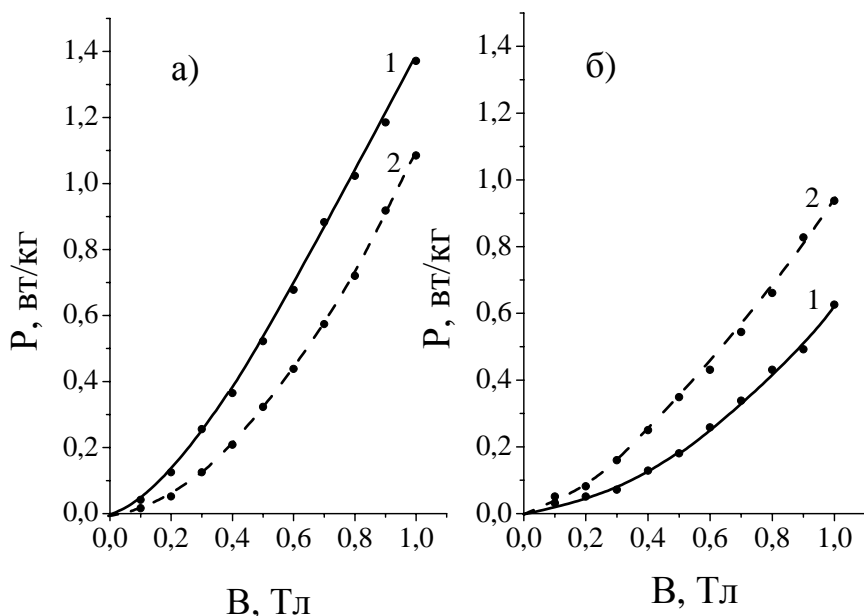


Рис.7. Зависимость удельных магнитных потерь от индукции при $+20^{\circ}\text{C}$ (кривые 1) и -196°C (кривые 2) и частоте 50 Гц для монокристаллических рамок Fe-3\%Si $\langle 110 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3=90^{\circ}$), и $\langle 100 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3=0^{\circ}$) (рисунки а и б соответственно);

В этом случае понижение температуры до -196°C при перемагничивании вдоль $\langle 100 \rangle$ приводит к более сильному повышению удельных магнитных потерь и снижению максимальной магнитной проницаемости, нежели для изотропных образцов, а при перемагничивании вдоль $\langle 110 \rangle$ удельные магнитные потери при охлаждении уменьшаются, при этом происходит

некоторый рост максимальной магнитной проницаемости. Характер изменения удельных магнитных потерь при охлаждении уже не объясняется уменьшением удельного электросопротивления даже качественно.

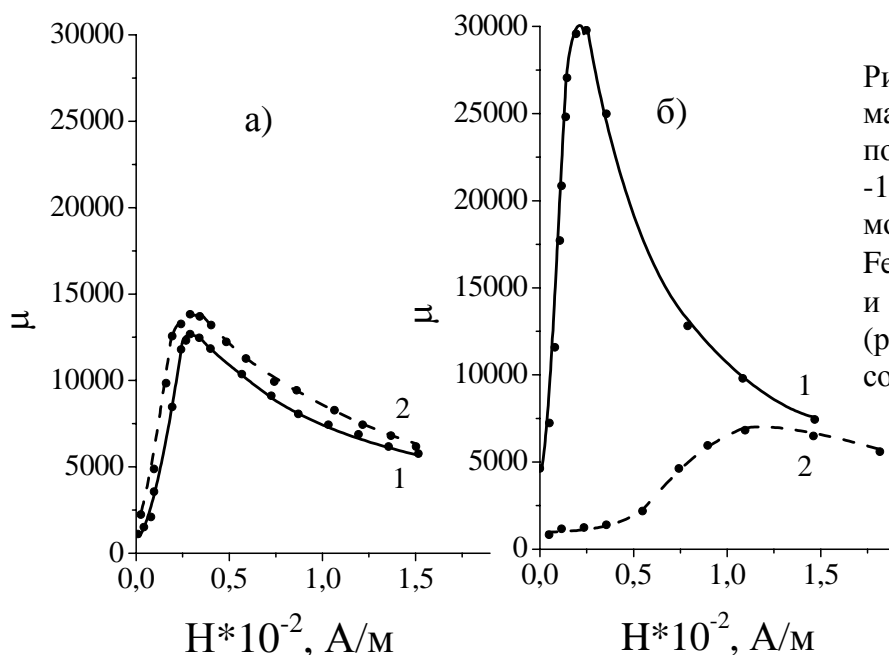


Рис.8. Зависимость магнитной проницаемости от поля при $+20^\circ\text{C}$ (кривые 1) и -196°C (кривые 2) для монокристаллических рамок Fe-3%Si $\langle 110 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3 = 90^\circ$) и $\langle 100 \rangle \{110\}$ ($\varphi_3 = 0^\circ$) (рисунки а и б соответственно).

Результаты исследования температурного изменения удельных магнитных потерь, магнитной проницаемости, формы петель гистерезиса и магнитострикции под действием упругих растягивающих напряжений показывают, что при снижении константы магнитострикции λ_{100} имеет место увеличение магнитоупругой энергии за счет повышения уровня внутренних напряжений при охлаждении образцов. Причем эти напряжения являются анизотропными, поскольку, как это следует из рисунка 9, приводят к повышению магнитострикции насыщения вдоль направления $\langle 100 \rangle$, что соответствует уменьшению объема доменов с намагниченностью, ориентированной вдоль этой оси, и обусловлено псевдоодноосным растяжением вдоль осей $\langle 100 \rangle$, не лежащих в плоскости образца.

Аналогичные результаты получены и для монокристаллических образцов железоалюминиевых сплавов. Индуцирование таких напряжений находит удовлетворительное объяснение в рамках теории направленного упорядочения, согласно которой примесные атомы внедрения преимущественно занимают позиции на ребрах куба, перпендикулярных результирующей намагниченности. Это препятствует уменьшению размеров кристалла при охлаждении в направлениях $\langle 100 \rangle$, не лежащих в плоскости образца и создает эффект растяжения в этих направлениях. Таким образом, с понижением температуры на изменение удельных магнитных потерь оказывают влияние два фактора: уменьшение удельного электросопротивления и изменение исходной магнитной текстуры. При перемагничивании образцов вдоль $\langle 110 \rangle$ эти факторы являются противодействующими.

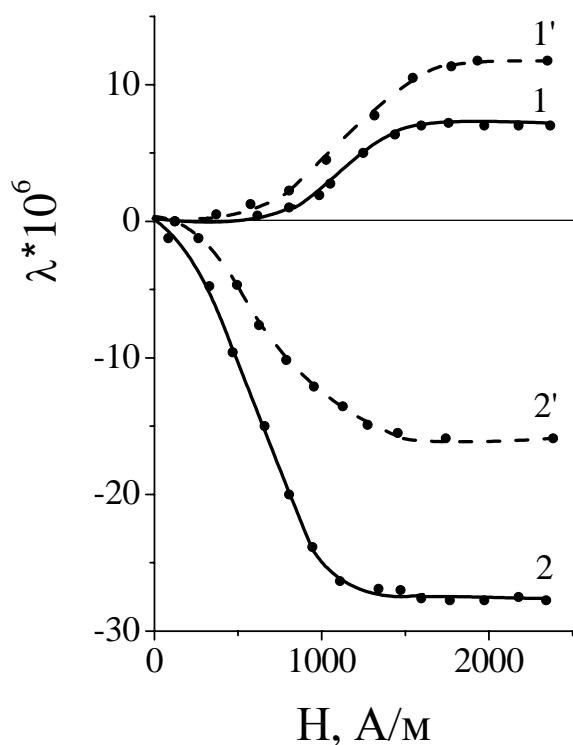


Рис. 9. Зависимость магнитострикции от поля, измеренная для монокристаллического диска Fe-3%Si в направлении $\langle 100 \rangle$ в плоскости $\{110\}$ при температурах $+20$ и -196°C и намагничивании вдоль и поперек оси $\langle 100 \rangle$ (кривые 1 и 1'; 2 и 2' соответственно).

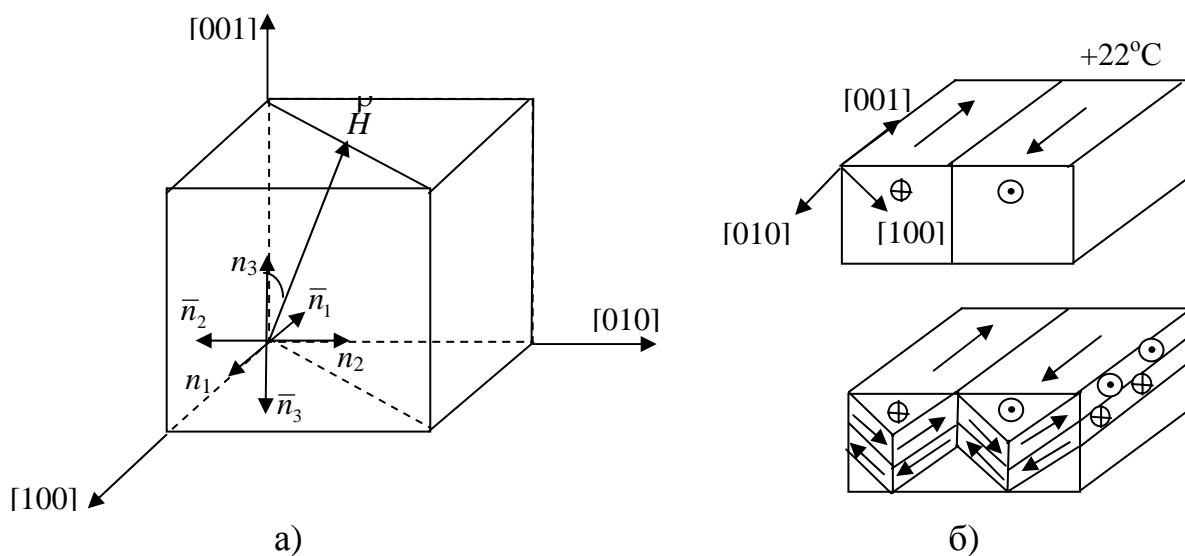


Рис. 10. Модели ориентации осей легкого намагничивания в трехосном кристалле, магнитных фаз, магнитного поля в плоскости образца и схематический пример перераспределения намагниченности при охлаждении образцов от $+20$ до -196°C .

В работе показано, что распределение намагниченности оказывает влияние на степень температурного изменения магнитных свойств и, в частности, удельных магнитных потерь поликристаллических материалов, магнитная текстура в которых существует на базе кристаллографической (например, анизотропная электротехническая сталь), а также создается с

помощью различных физических воздействий, например, в нетекстурованных материалах, таких как пемаллои, приложением упругих напряжений или с помощью термомагнитных обработок. Упругие растягивающие напряжения, приложенные вдоль оси $\langle 100 \rangle$ к монокристаллическим образцам, способствуют повышению термостабильности магнитных потерь. Приложение к образцу постоянных по величине упругих растягивающих напряжений, хотя и улучшает магнитную текстуру в исходном состоянии, но не позволяет сохранить ее неизменной при понижении температуры. Наибольший эффект повышения термостабильности магнитных свойств достигается в результате формирования на поверхности электротехнической стали электроизоляционных покрытий. В этом случае, из-за различия коэффициентов термического расширения покрытия и металла, величина индуцируемых вдоль направления прокатки напряжений при охлаждении возрастает, препятствуя увеличению объема доменов с 90-градусными доменными границами.

Применение листовых железоалюминиевых сплавов с текстурой Госса в качестве магнитострикционных материалов требовало разработки методов получения устойчивого высокострикционного состояния, которому соответствует большой объем доменов с намагниченностью, ориентированной вдоль осей легкого намагничивания, не лежащих в плоскости листа. Исследование возможности получения такого состояния с помощью термомагнитной обработки в поперечном поле проводили на монокристаллических образцах Fe - 6%Al - 1%Si. В результате такой обработки получили неожиданно низкие значения магнитострикции насыщения, которым соответствовала высокая остаточная магнитострикция при несовпадении направлений намагничивающего и размагничивающего полей, и не наблюдали изменения вида поверхностной доменной структуры (см. рисунки 11 и 12).

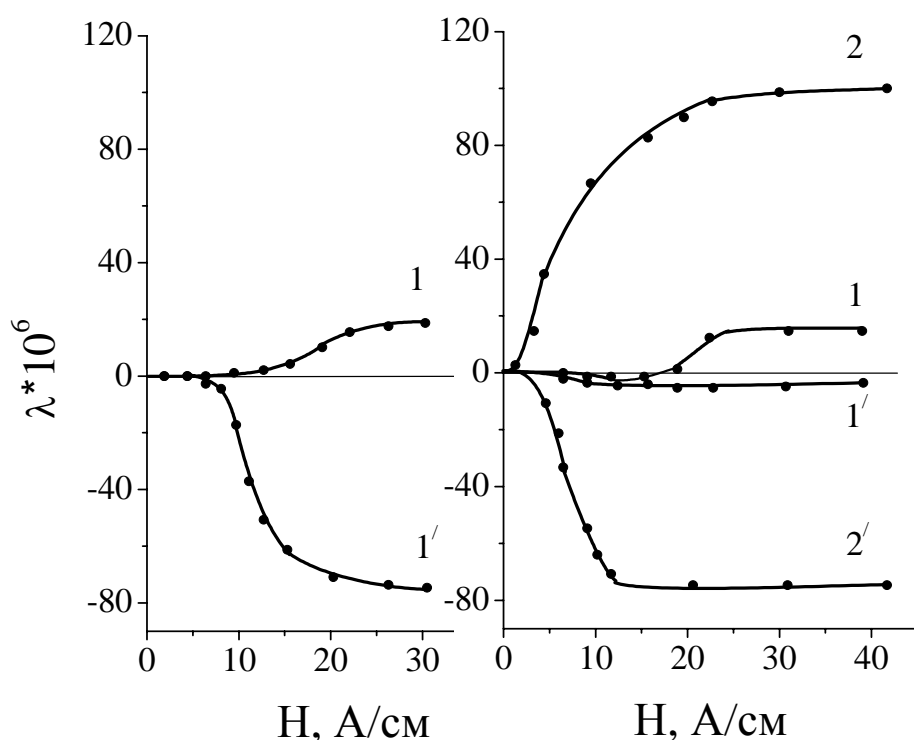


Рис. 11. Зависимость магнитострикции (λ_{\parallel} и λ_{\perp} - 1 и 1', $\lambda_{\parallel}^{\perp}$ и $\lambda_{\perp}^{\parallel}$ - 2 и 2') от поля, измеренная в исходном состоянии (а), и после ТМО $_{\perp}$ (б) для монокристаллического образца Fe - 6%Al - 1%Si, вид поверхностной доменной структуры которого изображен на рис. 12.

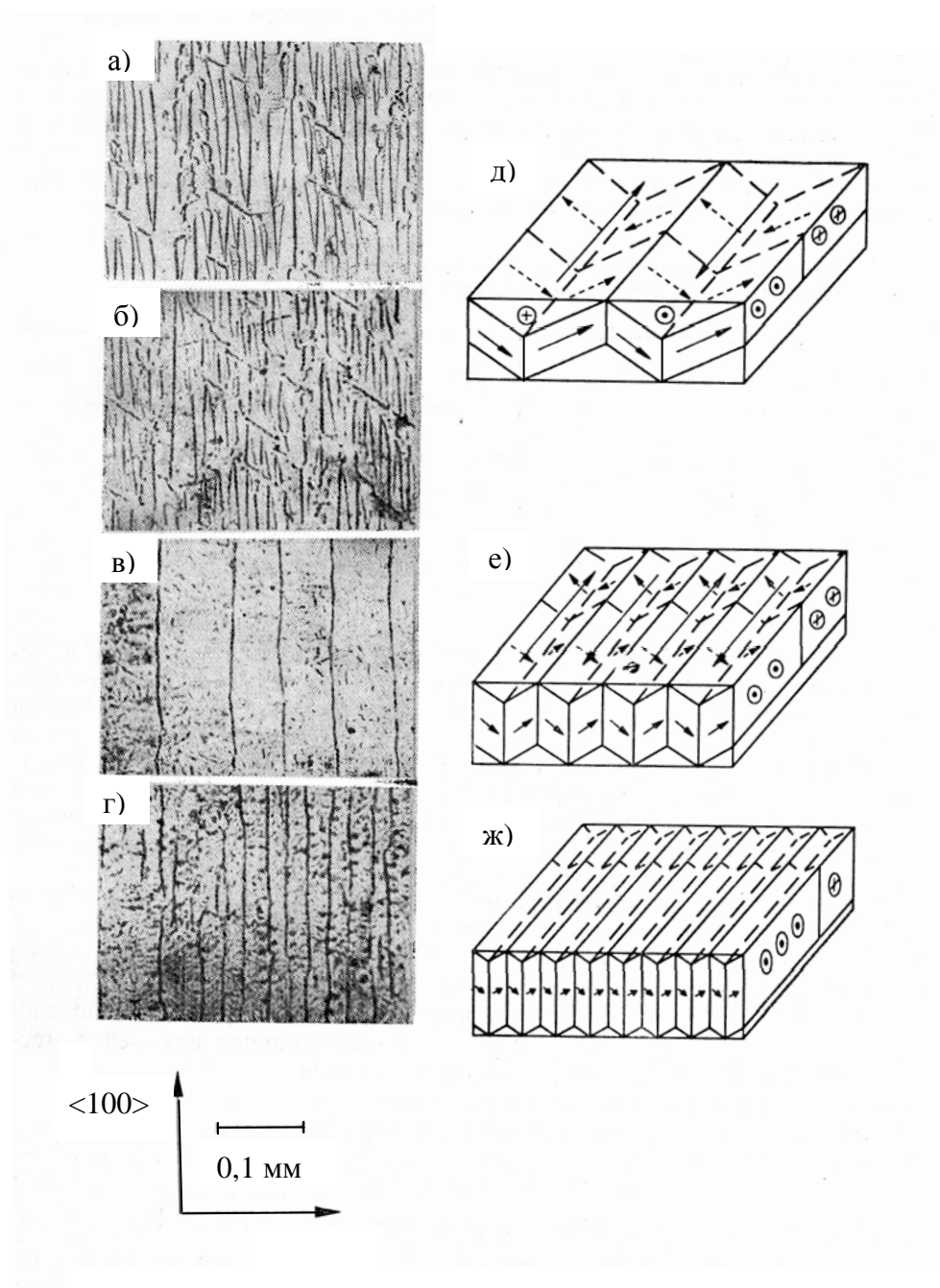


Рис. 12. Вид поверхностной доменной структуры монокристаллического образца Fe - 6%Al - 1%Si в исходном состоянии (а) и после ТМО_⊥ при размагничивании полем $\mathbf{H}_{\perp} \parallel \langle 100 \rangle$ (б) и $\mathbf{H}_{\perp} \parallel \langle 110 \rangle$ (в), а также в состоянии остаточной намагниченности после воздействия полем $\mathbf{H} \parallel \langle 110 \rangle$ (г). Модель доменной структуры приведена на рисунках (д - ж).

Вид поверхностной доменной структуры не изменялся и при намагничивании и размагничивании вдоль $\langle 110 \rangle$, лишь имело место изменение периода структуры. Увеличение объема доменов с намагниченностью, ориентированной вдоль осей $\langle 100 \rangle$, не лежащих в плоскости листа, и, одновременно наблюдаемое, уменьшение периода поверхностной доменной структуры с намагниченностью вдоль оси легкого намагничивания в плоскости листа можно интерпретировать в рамках предложенной модели (рис. 12). В

ходе дальнейших исследований была обнаружена зависимость магнитострикции от направления размагничивающего поля, что позволило установить формирование метастабильного состояния после термомагнитной обработки в поперечном поле. Высокие значения остаточной магнитострикции и волнистость доменных границ, наблюдаемая после воздействия магнитного поля $H_{\parallel} < 110 \rangle$ (см. рис. 12 в и г), свидетельствует о наличии остаточной деформации [21], которая вызывает необратимую переориентацию намагниченности на 90 градусов или увеличение объема доменов с намагниченностью, параллельной осям легкого намагничивания $< 100 \rangle$, не лежащим в плоскости образца. На изменение магнитных свойств исследуемого сплава в результате термомагнитной обработки оказывает влияние анизотропное направленное упорядочение пар атомов алюминия не только ближайшего соседства с осью симметрии $< 111 \rangle$, но и соседства второго порядка с осью связи $< 100 \rangle$ [22]. Эффективный диаметр атомов алюминия больше эффективного диаметра атомов железа [23], следовательно, направленное упорядочение пар атомов алюминия создает некоторую тетрагональность в объемноцентрированной решетке сплава вдоль расположения осей пар. Относительно высокая магнитострикционная деформация, возникающая в магнитном поле в процессе смещения 90-градусных доменных границ, уже при комнатной температуре является

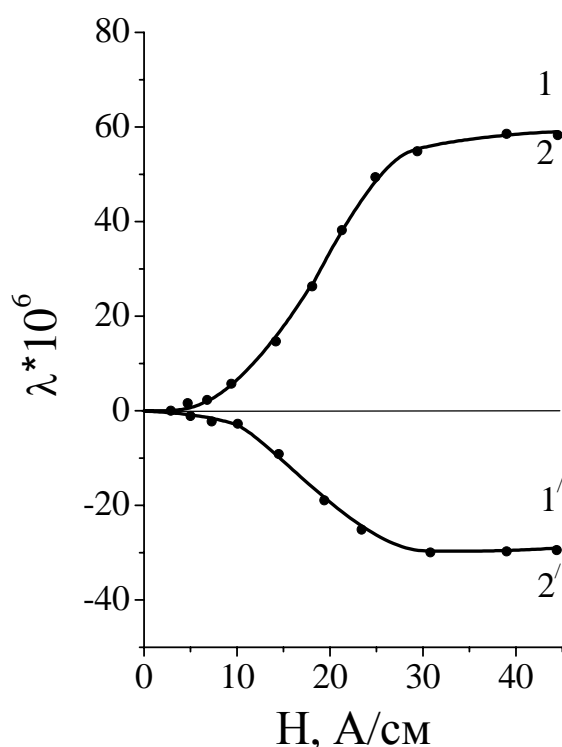


Рис.13. Зависимость магнитострикции (λ_{\parallel} и λ_{\perp} - 1 и 1', $\lambda_{\parallel}^{\perp}$ и λ_{\perp}^{\perp} - 2 и 2') от поля, измеренная для монокристаллического образца Fe - 6%Al - 1%Si после закалки от 800°C.

достаточной для переориентации осей пар из направления $< 100 \rangle$ в плоскости образца в направления $< 100 \rangle$, не лежащие в этой плоскости, или, наоборот, в зависимости от направления магнитного поля. При быстром выключении поля, вследствие соответствующего быстрого уменьшения межатомного расстояния, переориентация осей пар не успевает произойти, это и создает дополнительные растягивающие напряжения. Термическая обработка с высокой скоростью охлаждения (закалка от 800°C), подавляющая процессы упорядочения, приводит к исчезновению метастабильного состояния, зависимость магнитострикции от направления размагничивающего поля исчезает. Состояние характеризуется изотропным распределением намагниченности по осям легкого намагничивания, значения продольной магнитострикции возрастают до $60 \cdot 10^{-6}$ (рис.13).

Четвертая глава посвящена исследованию магнитных свойств быстрозакаленных магнитомягких сплавов.

К числу наиболее ярких результатов относится обнаруженная нами на образцах аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13}\text{Si}_4\text{C}_2$ низкочастотная аномалия магнитных потерь (рис. 14): уменьшение частоты от 200 до 20 Гц приводит не к снижению, как это было известно ранее, а к росту магнитных потерь за цикл перемагничивания (рис.14 б).

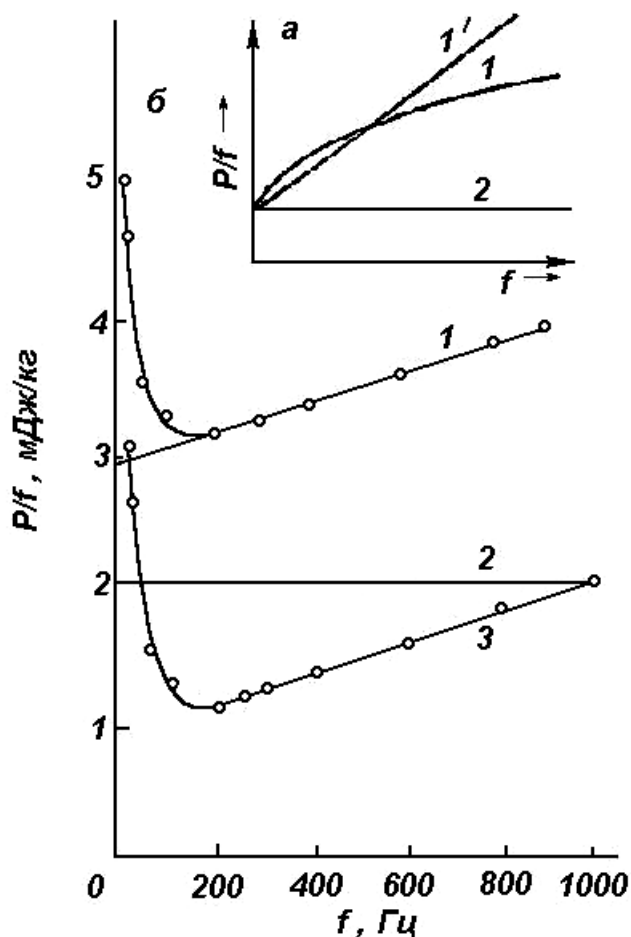
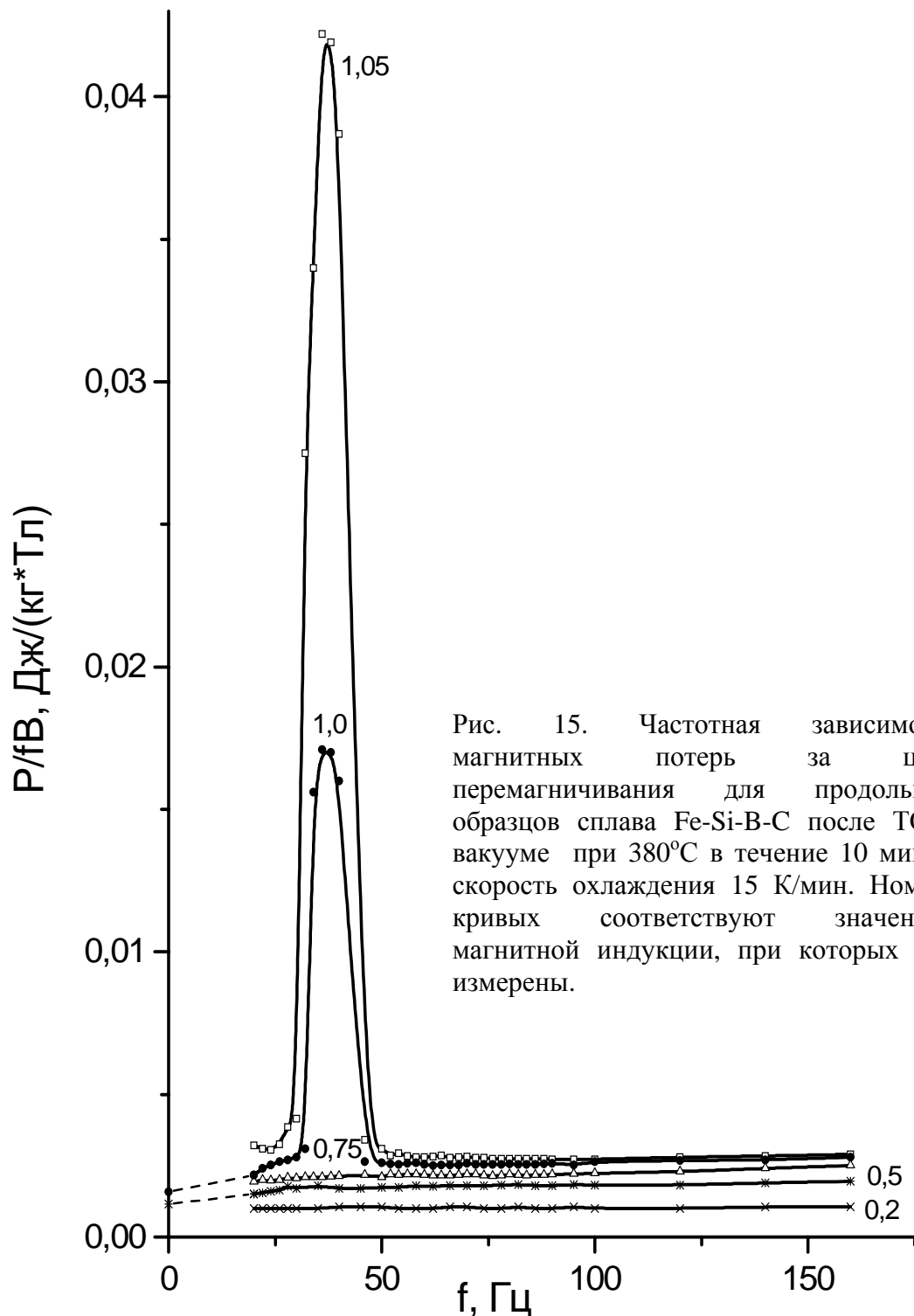


Рис. 14. Зависимость магнитных потерь за цикл от частоты перемагничивания: а – схематическое изображение известной зависимости; б – экспериментальная зависимость, полученная для сплава Fe-B-Si-C в настоящей работе ($B_m=0,5$ Тл); (1 – полные магнитные потери; 2 – потери на гистерезис; 3 – динамическая составляющая магнитных потерь; 1' – потери, рассчитанные по классической формуле).

Анализ результатов исследования показывает, что наблюдаемое аномальное увеличение магнитных потерь за цикл при низких частотах может быть обусловлено наличием магнитного последействия, которое приводит к увеличению поля вязкости, способствующего возникновению коррелированных скачков Баркгаузена, и, вследствие этого, повышению скорости движения доменных границ в процессе перемагничивания [24]. Исследование различных процессов и факторов, оказывающих влияние на распределение намагниченности в ленте, условия и степень закрепления доменных границ, на формирование аномалии частотной зависимости магнитных потерь за цикл проводили на образцах аморфных магнитомягких сплавов 7421 (Fe-B-Si-C) и 86КГСП (Co-Mn-Si-B) с нулевым и отличным от нуля значением магнитострикции насыщения. Установлено, что тип доменных границ, участвующих в процессе перемагничивания, оказывает влияние на

низкочастотную аномалию магнитных потерь: смещение 180-градусных доменных границ не приводит к ее формированию, а с увеличением объема, перемагничиваемого смещением 90-градусных доменных границ, растет степень роста магнитных потерь с уменьшением частоты. Сами по себе процессы вращения намагниченности не приводят к формированию аномалии.



Низкочастотная аномалия магнитных потерь существенно возрастает с усилением степени стабилизации доменных границ, увеличивающих скорость их скачкообразного движения в процессе перемагничивания. К факторам, влияющим на распределение намагниченности в ленте, стабилизацию границ доменов с планарной намагниченностью и степень неоднородности их движения, относятся магнитоупругая энергия, частичная объемная кристаллизация сплава, состояние поверхности ленты [25]. Увеличению аномалии способствуют повышение магнитоупругой энергии, частичная объемная кристаллизация сплава, аморфно-кристаллический поверхностный слой, толщина которого превышает оптимальную, структурные барьеры, создаваемые локальной лазерной обработкой, электроизоляционное покрытие, факторы, прямо или косвенно приводящие к повышению объема доменов с ортогональной намагниченностью.

Результаты более подробного (с шагом 1-2 Гц в интервале частот 20 – 100 Гц) исследования частотной зависимости магнитных потерь за цикл перемагничивания показали, что при частоте ~ 30 Гц в области магнитной индукции, где преобладающим является смещение 90-градусных доменных границ в процессе перемагничивания, формируется резонансный пик поглощения. Высота пика растет с ростом индукции, таким образом, что аномальные частотные зависимости, измеренные при разных индукциях, образуют систему вложенных пиков (рис.15). Формирование этого пика также находит удовлетворительное объяснение в рамках теории направленного упорядочения и обусловлено механизмом парной релаксации: повышением поля вязкости при переориентации осей пар атомов в процессе перемагничивания. На рисунке 16 показаны частотные зависимости магнитных потерь за цикл перемагничивания для образцов сплава классического состава Fe-Cu-Nb-Si-B в нанокристаллическом состоянии, измеренные при $+20$ и -196°C . Видно, что и в данном случае при сравнительно высоких индукциях, где в процессе перемагничивания преобладает смещение 90 - градусных доменных границ, в области частот 20 - 40 Гц имеет место формирование пика поглощения. Особенности заключаются в том, что структура пика поглощения в общем случае мультиплетна. Следовательно, его возникновение может быть обусловлено релаксацией осей не одного, а нескольких типов пар атомов, например, таких как C - C ; B - B ; Si - Si и т.п. Низкочастотная аномалия магнитных потерь обнаружена и для железоалюминиевого сплава, следовательно, она может проявляться и в кристаллических материалах с высокими значениями константы магнитострикции, где степень деформации в магнитном поле является достаточной для переориентации осей пар немагнитных атомов.

Исследования влияния различных факторов на кривизну начального участка частотной зависимости магнитных потерь за цикл перемагничивания показали, что она связана с распределением намагниченности в образце и процессами смещения доменных границ в процессе намагничивания и перемагничивания материала. Увеличению кривизны частотной зависимости

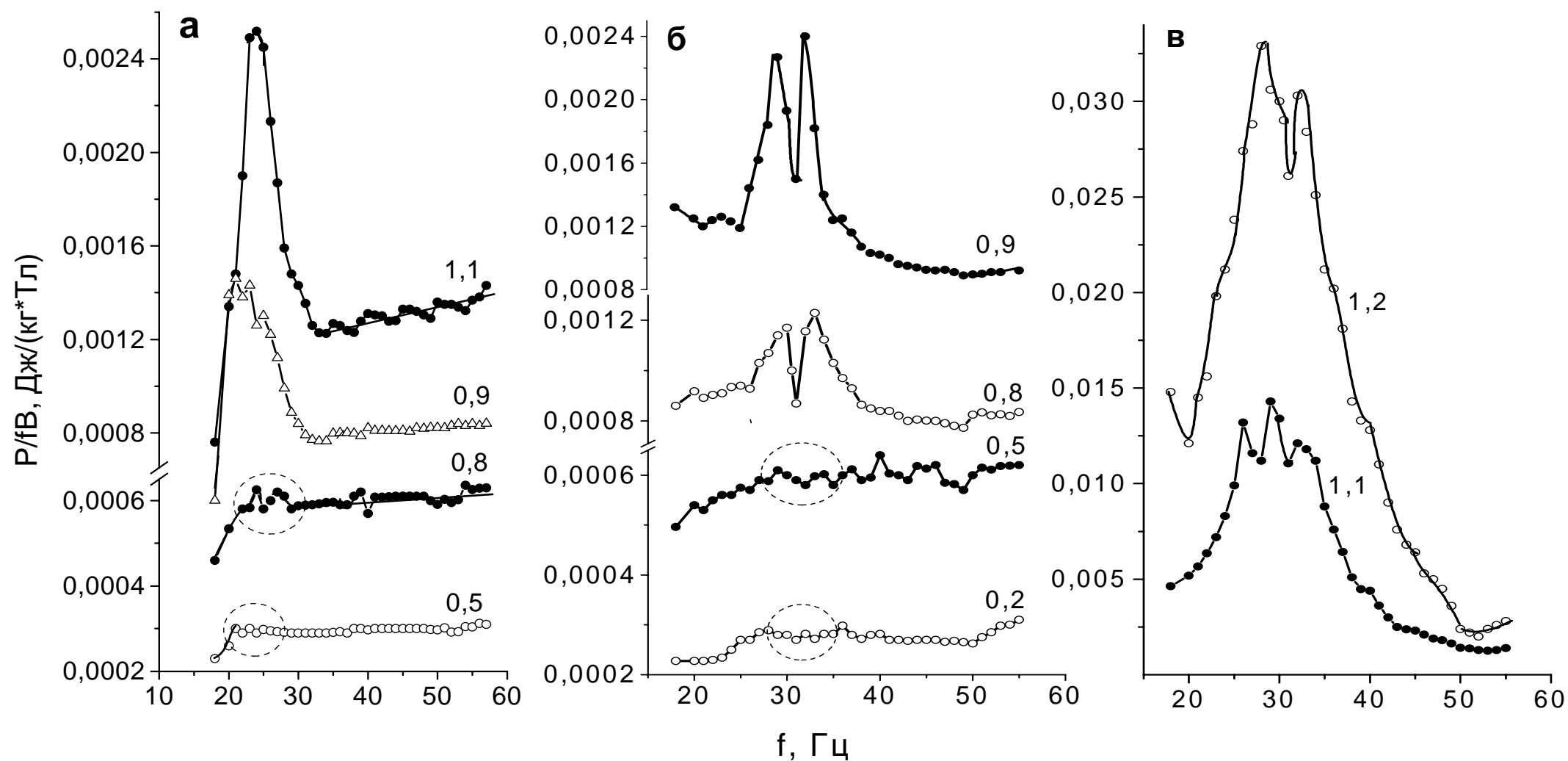


Рис.16. Частотная зависимость магнитных потерь за цикл перемagnetничивания для образцов нанокристаллического сплава Fe-Cu-Nb-Si-В после ТО в вакууме при 540°C в течение 20 минут, скорость охлаждения 15 К/мин. при температуре $+20^{\circ}\text{C}$ (а) и -196°C (б, в).

магнитных потерь за цикл перемагничивания в кристаллических материалах способствуют те же факторы, что и формированию пика поглощения в быстрозакаленных сплавах, например, такие как увеличение объема, перемагничиваемого смещением 90-градусных доменных границ, рост магнитоупругой энергии. Это дает основание предположить, что и в кристаллических материалах слабо выраженные процессы релаксации атомов примесных элементов могут быть одной из физических причин повышения неоднородности движения доменных границ в области сравнительно слабых частот, их амплитудных и фазовых изгибов.

Проведенные исследования зависимости удельных магнитных потерь от частоты и индукции продемонстрировали несостоятельность традиционного метода разделения удельных магнитных потерь на составляющие и позволили предложить методику разделения магнитных потерь на составляющие с учетом частотной зависимости потерь на гистерезис. Кроме того, результаты исследований показали, что

- динамическая составляющая магнитных потерь существенно возрастает в интервале индукции, где активно протекают процессы вращения намагниченности;
- в области магнитной индукции, где вклад смещения 180-градусных доменных границ в процессы намагничивания и перемагничивания преобладает, высота низкочастотного пика поглощения обусловлена, в основном, частотно-зависимой составляющей потерь на гистерезис.
- в интервале индукции, где активны процессы смещения 90-градусных доменных границ, формирование резонансного пика поглощения происходит как за счет динамической, так и за счет частотно-зависимой гистерезисной составляющих магнитных потерь.

Исследование физических причин влияния термической обработки на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов на основе железа показало, что кроме снижения уровня внутренних напряжений [26] и усиления влияния анизотропии формы, на магнитные свойства аморфной ленты влияют и другие факторы. Формирование поверхностного аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины индуцирует преимущественно плоские растягивающие напряжения в аморфной матрице, уменьшает объем доменов с ортогональной намагниченностью. Это ослабляет стабилизацию границ доменов с планарной намагниченностью и, облегчая их смещение, повышает магнитную проницаемость ленты, существенно снижает магнитные потери. Повышение однородности расплава в результате его термовременной обработки способствует повышению однородности структуры ленты и приводит к запаздыванию процессов поверхностной кристаллизации.

Исследование взаимосвязи эффективности термической обработки на воздухе с распределением намагниченности в ленте проводили на образцах сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13}\text{Si}_4\text{C}_2$. Для исследований были подобраны три серии образцов:

1. образцы с идентичным распределением намагниченности;

2. образцы, отличающиеся значениями объема доменов с ортогональной намагниченностью;
3. образцы с одинаковым объемом доменов V_{\perp} , отличающиеся распределением намагниченности в плоскости ленты.

Результаты проведенных исследований показали, что эффективность термообработки зависит от исходного распределения намагниченности в ленте. Термическая обработка образцов первой серии приводит к практически одинаковому распределению намагниченности и уровню магнитных свойств. Наиболее сильное уменьшение объема доменов с ортогональной намагниченностью и наиболее сильный рост максимальной магнитной проницаемости наблюдается для тех образцов, которые в исходном состоянии имели большие значения V_{\perp} . В таблице 1 показано влияние термической обработки на распределение намагниченности образцов 3 группы.

Таблица 1.

Влияние термической обработки при 380°C с длительностью изотермической выдержки 2' на распределение намагниченности в ленте (3 группа образцов)

| Характеристика | μ_{\max} | | V_{\perp} | | $V_{\text{пл}}$ | | V_{180} | | V_{90} | |
|-----------------|--------------|-------|-------------|----|-----------------|----|-----------|----|----------|----|
| Состояние ленты | Закал | ТО | Закал | ТО | Закал | ТО | Закал | ТО | Закал | ТО |
| 1 | 9100 | 22000 | 22 | 17 | 78 | 83 | 34 | 58 | 44 | 25 |
| 2 | 8800 | 19000 | 22 | 18 | 78 | 82 | 51 | 52 | 25 | 30 |

Видно, что степень увеличения объема доменов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль оси ленты (V_{180}), выше для тех образцов, которые в исходном состоянии имели больший объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной поперек ее оси (V_{90}). В этом случае после термической обработки наблюдается уменьшение объема доменов с 90-градусными границами.

В таблицах 2 и 3 приведены некоторые магнитные характеристики образцов сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13}\text{S}_4\text{C}_2$ для двух вариантов отжига: на воздухе и в вакууме. Видно, что после отжига в вакууме статические магнитные характеристики образцов лучше. Тем не менее, образцы после вакуумного отжига обладают более высокими значениями удельных магнитных потерь, в частности, их динамической составляющей.

Таблица 2.

Магнитные свойства образцов сплава Fe- B - Si -C после отжига на воздухе и в вакууме

| Состояние образцов | μ_{\max} | B_{1000} , Тл | H_c , А/м | B_r , Тл | $P_{1,0/400}$, Вт/кг | | |
|----------------------------------|--------------|-----------------|-------------|------------|-----------------------|-------|------------------|
| | | | | | P | P_r | $P_{\text{дин}}$ |
| ТО на воздухе | 64000 | 1,54 | 3,6 | 0,56 | 1,48 | 0,64 | 0,84 |
| ТО в вакууме | 92000 | 1,69 | 3,4 | 0,78 | 2,28 | 0,59 | 1,69 |
| $P_{\text{вак}}/P_{\text{возд}}$ | | | | | 1,54 | 0,92 | 2,01 |

Таблица 3.

Влияние среды отжига на распределение намагниченности в ленте.

| Состояние ленты | ТО при $t=380^{\circ}\text{C}$ с выдержкой 10 минут | |
|--|--|------------|
| | в вакууме | на воздухе |
| Объем доменов с ортогональной намагниченностью (V_{\perp}), % | 8 | 14 |
| Объем доменов с планарной намагниченностью ($V_{\text{пл}}$), % | 92 | 86 |
| Объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль оси ленты (V_{180}), % | 71 | 62 |
| Объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной поперек оси ленты (V_{90}), % | 21 | 24 |

Полученные результаты находят удовлетворительное объяснение в рамках анизотропного оксидирования и наводороживания поверхности ленты во время отжига на воздухе из-за взаимодействия атомов кремния и железа с водяными парами. Возникновение избыточной концентрации пар атомов различных элементов внедрения в направлении, перпендикулярном направлению результирующей намагниченности, приводит к псевдоодноосному растяжению вдоль этой оси, что способствует дроблению доменной структуры и получению более низких значений удельных магнитных потерь.

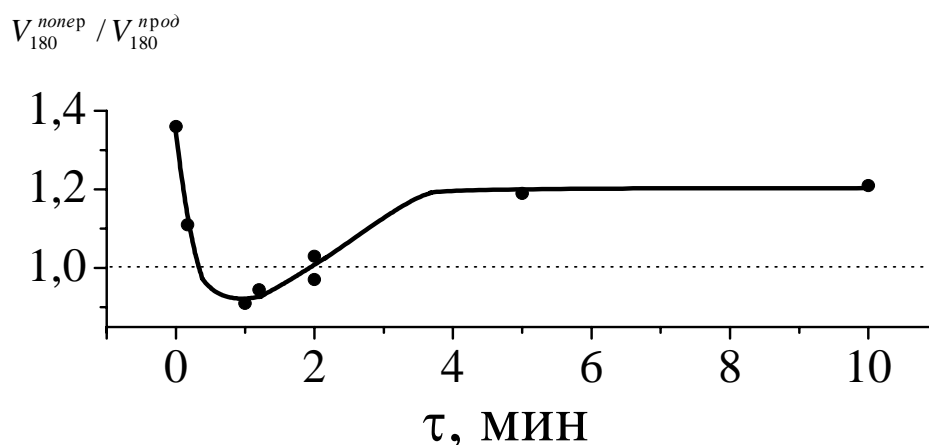


Рис.17. Влияние длительности изотермической выдержки на воздухе при 380°C на анизотропию распределения намагниченности в плоскости ленты.

На рисунке 17 показано влияние длительности изотермической выдержки на воздухе при 380°C на анизотропию распределения планарной намагниченности в образцах исследуемого сплава. Уменьшение различий в объемах образцов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль и поперек оси ленты ($V_{180}^{nonep} / V_{180}^{prod}$), с ростом τ в интервале $0 < \tau < 60$ с обусловлено, в основном, снятием внутренних напряжений в результате термообработки и

влиянием формы образца на распределение намагниченности. Кроме того, взаимодействие содержащихся в поверхностном слое ленты атомов кремния и железа в процессе отжига с находящимися в атмосфере водяными парами, приводит к анизотропному насыщению поверхности ленты водородом и кислородом. Во время отжига при нагревании существенно ослабляется влияние формы образца на распределение намагниченности. В результате этого намагниченность в плоскости ленты преимущественно ориентируется в соответствии с направлением обусловленного закалкой псевдоодноосного растяжения, т.е. поперек продольной оси ленты [27,28]. Локально - направленное упорядочение приводит к ориентации осей пар атомов элементов внедрения в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности, поскольку такое состояние соответствует минимуму энергии магнитного взаимодействия I_s с осью анизотропии дефекта [22]. Следовательно, вдоль оси ленты в плоскости образца (в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности) образуется избыточная концентрация элементов внедрения. В этом случае после охлаждения индуцируются псевдоодноосные плоские растягивающие напряжения вдоль оси ленты. Это также способствует формированию продольной ориентации результирующей намагниченности после отжига. Формирование поперечной анизотропии распределения намагниченности в плоскости ленты при $\tau > 1$ мин, как это следует из результатов исследования, может быть связано с особенностями поверхностной кристаллизации. Известно, что одним из наиболее важных условий получения аморфного состояния сплава является наличие аморфизатора (металлоида), снижающего скорость кристаллизации сплава [29]. Происходящее во время отжига повышение концентрации примесных атомов в поверхностном слое ленты также ингибирует процессы кристаллизации. Анизотропное же распределение элементов внедрения, в свою очередь, должно проводить к анизотропии скорости поверхностной кристаллизации: в нашем случае следует ожидать более медленного протекания процессов кристаллизации вдоль оси ленты, поскольку концентрация элементов внедрения в продольном направлении выше. Вследствие этого, по сравнению с продольным направлением, суммарные линейные размеры кристаллитов в поперечном направлении должны быть больше. Значит, в поперечном направлении должно образоваться либо большее число кристаллитов, либо их форма должна быть вытянутой в этом направлении. Впоследствии под термином анизотропная кристаллизация будем понимать описанный выше процесс. Таким образом, формирующиеся в аморфной матрице растягивающие напряжения также должны быть анизотропными: степень растяжения в поперечном направлении должна быть выше. Полагаем, что преобладающее влияние этого фактора с ростом длительности изотермической выдержки свыше 2 мин и приводит к формированию поперечного характера анизотропии распределения намагниченности в плоскости ленты. Следовательно, анизотропные напряжения в лентах аморфных сплавов индуцируются анизотропным распределением элементов внедрения из-за взаимодействия поверхности ленты с находящимися в воздухе водяными парами. Они связаны с

исходным распределением намагниченности в ленте и при формировании поверхностного аморфно-кристаллического слоя приводят к анизотропной поверхностной кристаллизации сплава, которая является основной причиной формирования поперечной анизотропии магнитных свойств в случае превышения оптимальной толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя.

Электролитическое наводороживание и оксидирование лент аморфных магнитомягких сплавов доказывает правильность вышеописанных представлений [30, 31]. После наводороживания объем доменов с ортогональной намагниченностью существенно не изменяется. Наблюдаемое снижение объема доменов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль продольной оси ленты, обусловлено возникновением псевдоодноосного растяжения в плоскости ленты в поперечном направлении из-за образования в этом направлении избыточной концентрации атомов водорода. Увеличение объема, перемагничиваемого смещением 90-градусных доменных границ, приводит к снижению максимальной магнитной проницаемости и повышению удельных магнитных потерь. Насыщение поверхности ленты кислородом аналогичным образом влияет на распределение намагниченности в плоскости ленты. Отличительная особенность в этом случае заключается в снижении объема доменов с ортогональной намагниченностью, что обусловлено сравнительно большим эффективным диаметром атомов кислорода, которые при внедрении в поверхностный слой ленты индуцируют более высокие по своему уровню псевдоодноосные плоские растягивающие напряжения.

В результате обработки паром при комнатной температуре образцов лент исследуемых сплавов происходит перераспределение намагниченности в плоскости ленты: увеличивается объем образца, с планарной намагниченностью, ориентированной поперек оси ленты, за счет уменьшения объема доменов с намагниченностью, ориентированной вдоль ее оси. Это обусловлено образованием избыточной концентрации элементов внедрения в плоскости ленты поперек ее оси (поскольку результирующая намагниченность в этих условиях направлена вдоль оси ленты) и индуцированием псевдоодноосного растяжения в этом направлении. Аналогично влияет на распределение намагниченности и взаимодействие поверхности ленты с водой и ацетоном. Совмещение паровой и термической обработок при температурах ниже точки Кюри приводит к более эффективному снижению объема доменов с ортогональной намагниченностью, что обусловлено увеличением концентрации элементов внедрения и повышением уровня плоских растягивающих напряжений. Увеличение объема доменов с намагниченностью, ориентированной поперек оси ленты в этом случае обусловлено возникновением избыточной концентрации элементов внедрения в направлении, перпендикулярном оси ленты в ее плоскости, поскольку термообработку проводили при температурах ниже точки Кюри, и влияние анизотропии формы на распределение намагниченности при этих условиях было определяющим. Исследование характера взаимодействия поверхности ленты с атмосферой и находящимися в ней водяными парами показало, что

имеет место взаимодействие поверхности ленты с атмосферой, и оно обусловлено действием дисперсионных сил (физической адсорбцией). Происходящее увеличение относительного объема доменов с намагниченностью, ориентированной в плоскости ленты поперек ее оси может быть связано с анизотропным расположением молекул газов на поверхности ленты, образованием избыточной концентрации в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности, т.е. поперек оси ленты, и индуцированием в этом направлении псевдоодноосного растяжения поверхности. Таким образом, результаты проведенных исследований дают нам основание считать, что и в случае физической адсорбции молекулы должны быть связаны с определенными местами поверхности. Эффект обработки паром поверхности ленты сохраняется в течение длительного времени. После помещения образцов с предварительной обработкой паром в вакуумную камеру не происходит перераспределения намагниченности. Следовательно, взаимодействие поверхности ленты с водяными парами не является физической адсорбцией: водород и кислород внедряются в ее поверхность.

Предварительная обработка паром поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов в закаленном состоянии, изначально увеличивая объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной поперек оси ленты, позволяет повысить эффективность термической обработки на воздухе. Увеличение скорости охлаждения тоже способствует повышению эффективности термообработки на воздухе, поскольку при охлаждении этот фактор препятствует снижению концентрации атомов внедренных элементов.

На основании рентгенографических исследований показано, что устойчивость к нагреву эффекта локальной лазерной обработки лент аморфных магнитомягких сплавов связана с частичной кристаллизацией поверхности в месте прохождения луча лазера. Проведение исследований влияния локальной лазерной обработки на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов позволило выявить, что частичная кристаллизация сплава в области лазерной дорожки влияет на индуцируемые при этом напряжения, которые определяют вид доменной структуры и воздействуют на распределение намагниченности в ленте и процессы намагничивания, приводящие к ухудшению гистерезисных свойств. Наиболее эффективное улучшение магнитных свойств ленты достигается при совместном применении локальной лазерной и термомагнитной обработок за счет уменьшения объема доменов с ортогональной намагниченностью и ослабления вследствие этого степени стабилизации границ доменов с планарной намагниченностью.

В пятой главе приведены результаты комплексного систематического исследования влияния электроизоляционных покрытий на распределение намагниченности и магнитные свойства кристаллических аморфных и нанокристаллических электротехнических материалов.

В результате проведенных исследований на примере железоалюминиевых сплавов, содержащих (6-12) мас. % Al, впервые разработаны составы, способы нанесения и формирования электроизоляционных покрытий, оказывающих сжимающее воздействие на металл и приводящих к повышению

магнитострикции насыщения при одновременном улучшении магнитных свойств (рис. 18 – 20), что позволило существенно расширить диапазон применения ЭИП. Увеличение максимальной магнитной проницаемости и

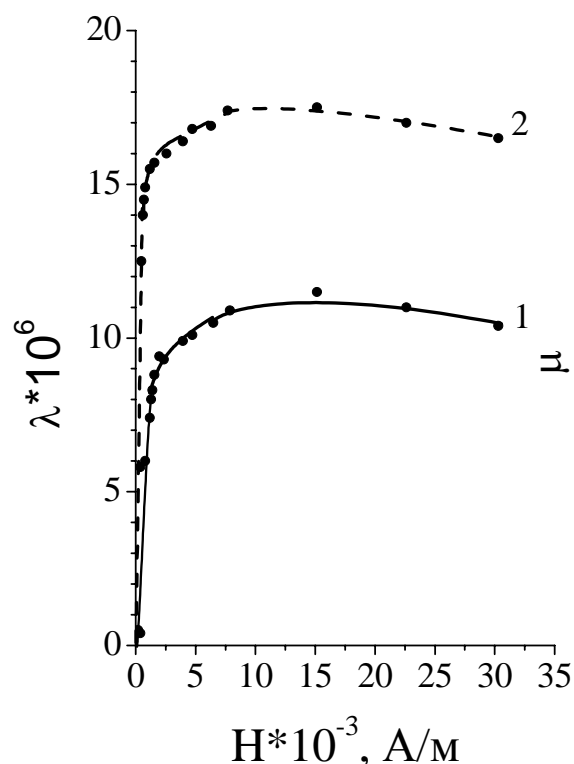


Рис.18. Зависимость магнитострикции от поля для образцов сплава Fe-6%Al без ЭИП и с электроизоляционным покрытием, индуцирующем сжимающие напряжения в металле (кривые 1 и 2 соответственно)

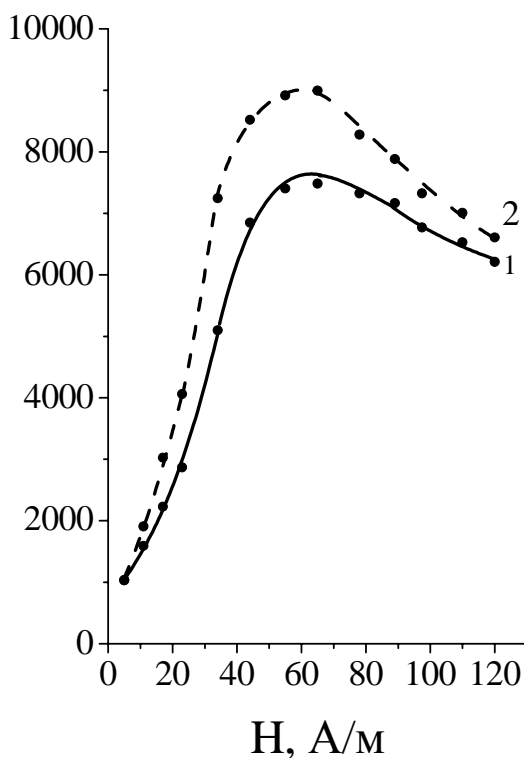


Рис.19. Зависимость магнитной проницаемости от поля для образцов сплава Fe-6%Al без ЭИП и с электроизоляционным покрытием, индуцирующем сжимающие напряжения в металле (кривые 1 и 2 соответственно)

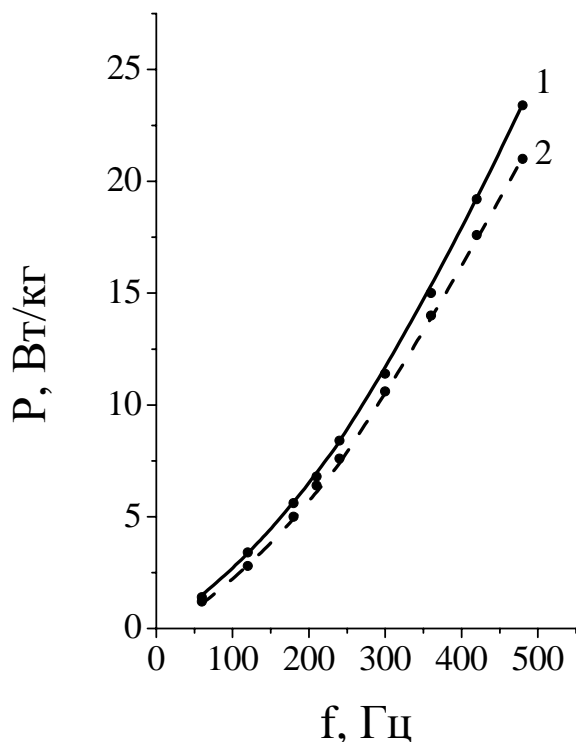


Рис. 20. Зависимость удельных магнитных потерь от частоты для индукции 1,0 Тл в образцах сплава Fe-6%Al без ЭИП и с электроизоляционным покрытием, индуцирующим сжимающие напряжения в металле (кривые 1 и 2 соответственно).

снижение удельных магнитных потерь в результате формирования таких электроизоляционных покрытий является следствием дестабилизации доменных границ при термомеханической обработке в присутствии индуцируемых покрытием сжимающих напряжений, величина которых постоянно меняется во время охлаждения при формировании ЭИП.

Поскольку термическая обработка при 250°C практически не оказывает влияния на ход кривых магнитострикции и значения магнитострикции насыщения, на монокристаллических образцах исследуемого сплава опробовано низкотемпературное формирование электроизоляционных покрытий составов, разработанных для лент аморфных и нанокристаллических сплавов в Институте химии УрО РАН. Показано, что формирование аморфного электроизоляционного покрытия при 250°C практически не оказывает влияния на значения магнитострикции насыщения, поэтому применение такого покрытия является предпочтительным для железоалюминиевых сплавов, высокострикционное состояние которых вдоль направления прокатки получено, например, деформационными методами.

В течение продолжительного времени считали, что химическое взаимодействие покрытия с лентой отсутствует, а магнитная активность покрытия по отношению к поликристаллическим текстурованным материалам и создание анизотропных напряжений обусловлены различием коэффициентов термического расширения и анизотропией модулей упругости стали. Однако эти факторы не могут объяснить магнитной активности электроизоляционных покрытий по отношению к аморфным магнитомягким сплавам. Тем не менее, формирование электроизоляционного покрытия на поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов показало, что и в этом случае оно является магнитоактивным и индуцирует анизотропные напряжения в ленте [32].

Проведенные нами исследования показали, что сцепление неорганических безгрунтовых электроизоляционных покрытий с поверхностью ленты осуществляется, в основном, при помощи когезии (химического взаимодействия раствора с поверхностью ленты). Характер воздействия ЭИП на уровень магнитных свойств обусловлен видом замещенных и/или внедренных атомов в поверхностный слой ленты и особенностями формирования покрытия. Знак индуцируемых покрытием напряжений зависит не только от характера взаимодействия раствора с поверхностью ленты, но и морфологии формируемого покрытия. Для сплавов на основе железа плоские растягивающие напряжения индуцируются покрытиями аморфной морфологии в том случае, если эффективный диаметр внедренных или замещенных атомов больше эффективного диаметра атомов железа. Индуцированию сжимающих напряжений в ленте способствует уменьшение расстояния между атомами в поверхностном слое ленты из-за его обеднения атомами железа и возможного внедрения элементов, эффективный диаметр атомов которых несколько меньше эффективного диаметра атомов железа, а также уменьшения объема покрытия из-за его кристаллизации в процессе формирования.

В табл.4 представлены магнитные свойства образцов аморфного сплава Fe-B-Si-C с электроизоляционным покрытием, нанесенным на ленту в закаленном

состоянии. Сравнение воздействия ЭИП на уровень магнитных свойств показывает, что степень улучшения магнитных свойств образцов со сформированным ЭИП выше. Уменьшение магнитных потерь после формирования ЭИП в данном случае происходит как за счет динамической, так и гистерезисной составляющих удельных магнитных потерь. Следовательно, в данном случае аморфное электроизоляционное покрытие способствует улучшению магнитных свойств.

Таблица 4.

Влияние ЭИП на магнитные свойства аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13}\text{Si}_4\text{C}_2$.

| Состояние ленты | μ_{max} | f=400 Гц, $B_m=0,75$ Тл |
|-----------------------|--------------------|-------------------------|
| | | P, Вт/кг |
| Исходное (закаленное) | 10200 | 2,42 |
| ТО по режиму ЭИП | 19700 | 1,55 |
| ЭИП | 51200 | 1,32 |

Таблица 5.

Распределение намагниченности в ленте с электроизоляционным покрытием, сформированным после термоманитной обработки

| Состояние ленты | $V_{\perp}, \%$ | $V_{\text{пл}}, \%$ | $V_{180}, \%$ | $V_{90}, \%$ |
|-----------------------------|-----------------|---------------------|---------------|--------------|
| ЭИП после ТМО | 12 | 88 | 80 | 8 |
| ЭИП после ТМО _⊥ | 12 | 88 | 88 | 0 |

Таблица 6.

Магнитные свойства образцов со свободной поверхностью после термической обработки по оптимальному режиму и с электроизоляционным покрытием, сформированным в постоянном продольном магнитном поле

| Характеристики | ТО | ЭИП+ТМО |
|------------------------|--------|-----------------------|
| μ_{max} | 70 000 | 97 000 |
| H_c , А/м | 3,2 | 3,0 |
| B_r/B_m | 0,74 | 0,73 |
| $P_{1,45/400}$, Вт/кг | 4,1 | 3,8 |
| $P_{1,00/400}$, Вт/кг | 1,85 | 1,53 |

Из таблицы 5 видно, что формирование покрытия после термоманитной обработки приводит к возрастанию объема доменов с ортогональной намагниченностью (от 2 до 12%). Также видно, что объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной вдоль оси ленты, выше с ЭИП, сформированным на ленте после ТМО_⊥, что свидетельствует в пользу индуцирования покрытием псевдоодноосного плоского растяжения в этом направлении. Индуцирование псевдоодноосных напряжений в плоскости ленты

находит удовлетворительное объяснение в рамках модели анизотропного внедрения элементов покрытия в поверхностный слой ленты, а также анизотропного оксидирования и наводороживания ее поверхности с образованием избыточной концентрации элементов внедрения в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности. Выяснение физических причин влияния электроизоляционного покрытия на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов позволило разработать способ формирования ЭИП, позволяющий получить аморфную ленту с электроизоляционным покрытием, обладающую высоким уровнем магнитных свойств (см. табл.6). Получен патент на предложенный способ формирования электроизоляционного покрытия совместно с термомагнитной обработкой, позволяющей снизить степень стабилизации границ доменов с планарной намагниченностью за счет уменьшения объема доменов с ортогональной намагниченностью.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Впервые обнаружено, что частотная зависимость магнитных потерь за цикл перемагничивания лент быстрозакаленных магнитомягких сплавов имеет вид резонансной кривой с пиком поглощения при частотах 20 – 40 Гц, формирование которого происходит в области смещения 90-градусных доменных границ. Показано, что формирование пика удовлетворительно объясняется в рамках теории направленного упорядочения и переориентации осей пар атомов в магнитном поле.
2. На основе корреляционной зависимости максимального значения остаточной индукции от объема доменов с ортогональной намагниченностью, полученной с помощью анализа соотношения интенсивностей линий мессбауэровских спектров, разработана методика определения распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов.
3. Экспериментально обнаружено наличие анизотропии температурного изменения магнитных свойств текстурованных магнитомягких материалов; доказано, что анизотропия температурного изменения магнитных свойств является следствием перераспределения намагниченности при изменении температуры; показано, что нанесение магнитоактивного электроизоляционного покрытия на поверхность анизотропной электротехнической стали улучшает температурную стабильность удельных магнитных потерь вдоль направления прокатки.
4. Установлено, что электролитическое насыщение поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов водородом и кислородом оказывает влияние на распределение намагниченности в ленте за счет создания псевдоодноосного растяжения в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности. Такое растяжение может быть связано с анизотропным внедрением водорода и кислорода в поверхностный слой

ленты из-за анизотропии распределения намагниченности в исходном состоянии.

5. Выявлен различный характер взаимодействия поверхности ленты с атмосферой и содержащимися в ней водяными парами: взаимодействие поверхности с атмосферой обусловлено действием дисперсионных сил (физической адсорбцией). В этом случае перераспределение намагниченности в ленте происходит за счет псевдоодноосных напряжений, обусловленных анизотропным расположением адсорбата. Взаимодействие поверхности ленты с водяными парами не является физической адсорбцией: водород и кислород внедряются в ее поверхность.
6. Выявлены физические причины влияния термической обработки на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов: кроме снижения уровня внутренних напряжений и усиления влияния анизотропии формы, на магнитные свойства аморфной ленты влияют следующие факторы: формирование поверхностного аморфно-кристаллического слоя, создающего преимущественно плоские растягивающие напряжения в аморфной матрице; плоские анизотропные напряжения, индуцируемые анизотропным распределением пар атомов элементов внедрения (преимущественно водорода и кислорода) из-за взаимодействия поверхности ленты с находящимися в воздухе водяными парами, и анизотропной поверхностной кристаллизацией сплава.
7. Установлено, что эффективность термической обработки на воздухе связана с распределением намагниченности в исходном состоянии ленты. Степень улучшения магнитных свойств после отжига выше для образцов со сравнительно большим объемом доменов с планарной намагниченностью, ориентированной поперек продольной оси ленты, поскольку в этом случае во время отжига повышается величина псевдоодноосного растяжения вдоль оси ленты из-за повышения в этом направлении концентрации атомов, внедренных в процессе отжига.
8. Показано, что повышение концентрации водяных паров во время термической обработки приводит к более эффективному снижению объема доменов с ортогональной намагниченностью из-за роста величины плоских растягивающих напряжений, связанных с соответствующим увеличением концентрации атомов внедрения; предварительная обработка паром поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов в закаленном состоянии, индуцируя псевдоодноосное растяжение поперек оси ленты и увеличивая объем доменов с планарной намагниченностью, ориентированной в этом направлении, позволяет повысить эффективность термической обработки на воздухе.
9. Показано, что устойчивость к нагреву эффекта локальной лазерной обработки лент аморфных магнитомягких сплавов связана с частичной кристаллизацией поверхности в месте прохождения луча лазера. Наиболее эффективное улучшение магнитных свойств ленты достигается при совместном применении локальной лазерной и термомагнитной обработок,

в основном, за счет одновременного уменьшения объема доменов с ортогональной намагниченностью и дробления доменной структуры..

10. Выявлены физические причины влияния электроизоляционных покрытий на распределение намагниченности и магнитные свойства магнитомягких материалов:

- установлено, что сцепление неорганических безгрунтовых электроизоляционных покрытий с поверхностью ленты осуществляется, в основном, при помощи когезии (химического взаимодействия раствора с поверхностью ленты);
- характер воздействия электроизоляционных покрытий на уровень магнитных свойств обусловлен видом замещенных и/или внедренных атомов в поверхностный слой ленты и особенностями формирования покрытия: внедрение элементов покрытия в поверхностный слой ленты приводит к формированию растягивающих, а замещение более крупных элементов мелкими (с меньшим значением эффективного радиуса атома) – сжимающих напряжений. Знак индуцируемых покрытием плоских напряжений зависит не только от характера взаимодействия раствора с поверхностью ленты, но и морфологии формируемого покрытия;
- влияние покрытия на распределение намагниченности и магнитные свойства ленты зависит от распределения намагниченности в исходном состоянии и обусловлено анизотропным внедрением элементов покрытия, генерирующим псевдоодноосные напряжения в ленте.

11. Выявление физических причин влияния электроизоляционных покрытий на распределение намагниченности и магнитные свойства магнитомягких материалов позволило разработать

- для магнитострикционных материалов способы формирования и составы электроизоляционных покрытий, оказывающих сжимающее воздействие на металл и приводящих к повышению магнитострикции насыщения при одновременном улучшении магнитных свойств, что существенно расширило спектр используемых покрытий;
- для аморфных магнитомягких сплавов способ получения ленты с электроизоляционным покрытием, обладающей высоким уровнем магнитных свойств, который заключается в формировании покрытия одновременно с термомагнитной обработкой, в результате чего существенно снижается объем доменов с ортогональной намагниченностью.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в ведущих рецензируемых научных журналах, определенных ВАК.

1. Катаев В.А., Горланова М.А., Дунаев Ф.Н., Скулкина Н.А., Бачерикова О.Б. Влияние электроизоляционных покрытий на магнитные свойства электротехнической стали // Изв. ВУЗов “Черная металлургия”.-1984.-№3.-С.76-79.
2. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Катаев В.А., Шамшина Н.В. Влияние электроизоляционных покрытий на температурную стабильность удельных магнитных потерь анизотропной электротехнической стали// Изв. ВУЗов “Черная металлургия”.-1988.-№1.-С.101-106.
3. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А., Катаев В.А. Аномалия магнитных потерь аморфного сплава Fe-B-Si-C// ФММ.-1991.-№8.-С.132-139.
4. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Широкова Е.А., Иванов О.А., Ханжина Т.А. Влияние электроизоляционных покрытий на магнитные свойства и удельные магнитные потери аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13}\text{Si}_4\text{C}_2$ // Изв. ВУЗов “Черная металлургия”.-1993.-№1.-С.58-62.
5. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Горланова М.А., Михайлов А.М., Куранов А.В., Коковихина Т.Е. Исследование магнитострикции и доменной структуры монокристаллов железоалюминиевых сплавов// ФММ.-1993.-Т.76, вып.5.-С.86-96.
6. Катаев В.А., Ханжина Т.А., Скулкина Н.А., Кейлин В.И., Стародубцев Ю.Н. Магнитные свойства нанокристаллического сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ с электроизоляционным покрытием// ФММ.-1993.-Т.75, вып. 6.-С.74-79.
7. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А. Широкова Е.А., Ханжина Т.А. Влияние электроизоляционного покрытия и термомагнитных обработок на магнитные свойства аморфного сплава Fe-B-S-C // ФММ.-1995.-Т.79, вып.5.-С.38-46.
8. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А., Попова И.А., Цветкова Л.Е., Степанова Е.А., Смышляев А.С., Маркин П.Е. Влияние лазерной обработки на магнитные свойства аморфного сплава Fe-B-Si-C// ФММ.-1997.-Т.83, вып.5.-С. 54-63.
9. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Степанова Е.А., Глотова Л.С., Цепелев В.С. Влияние термических обработок на структуру и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов// ФММ.-1998.-Т.86, вып.2.-С. 54-60.
10. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А. Аномалия частотной зависимости магнитных потерь. I. Влияние характера процессов намагничивания и распределения намагниченности на формирование аномалии // ФММ.-1998.-Т.86, вып.5.-С. 48-54.
11. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А. Аномалия частотной зависимости магнитных потерь. II. Влияние структурных факторов и

стабилизации доменных границ на формирование аномалии // ФММ.-1998.-Т.86, вып.5.-С. 55-63.

12. Скулкина Н.А., Е.А.Степанова, О.А.Иванов, Л.А.Назарова. Формирование аномалии частотной зависимости магнитных потерь// ФММ.-2000.-Т.90, вып.1.-С.51-56.
13. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А., Назарова Л.А. Влияние химически активной среды на магнитные свойства быстрозакаленных сплавов на основе железа I. Среда отжига и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов//ФММ.-2001.-Т.91, вып.1.-С.17-23.
14. Н.А.Скулкина, Е.А.Степанова, О.А.Иванов, Т.А.Ханжина, Л.А.Назарова. Влияние химически активной среды на магнитные свойства быстрозакаленных сплавов на основе железа II. Морфология электроизоляционных покрытий и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов. //ФММ.-2001.-Т.91, вып.2.-С.26-32.
15. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Глотова Л.С., Цепелев В.С., Сторожева О.В. Термовременная обработка расплава и магнитные свойства аморфного магнитомягкого сплава //Материаловедение 2001.-№8.-С.50-53.
16. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Степанова Е.А. Оценочный расчет распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов. // Изв. РАН, сер. физ.-2001.-Т.65, №10.-С.1483-1486.
17. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Талипов А.Г., Щекотурова И.С. Физические причины влияния термической обработки на магнитные свойства аморфных сплавов на основе железа. // ФММ.-2005.-Т.99, №3.-С.34-40.
18. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Степанов Е.А., Щекотурова И.С. Магнитные потери и их составляющие в быстрозакаленных магнитомягких сплавах на основе железа. // ФММ.-2007.-Т.103, №2.-С.157-164.

Статьи, опубликованные в зарубежных журналах и изданиях, определенных ВАК

19. N.A.Skulkina, E.A.Stepanova, O.A.Ivanov, L.A.Nazarova. The anomaly of frequency dependence of magnetic losses for rapidly quenched alloys// JMMM.-2000.-№215-216.-P.331-333.
20. Gorlanova M.A., Skulkina N.A., Kataev V.A., Ivanov O.A., Mikhaylov A.A. and Kuranov A.V. Magnetostriction and domain structure of Fe-Al alloy as magnetostriction material. // JMMM.-2000.-№215-216.-P.49-51.

Другие публикации

21. Катаев В.А., Горланова М.А., Дунаев Ф.Н., Секисов С.В., Скулкина Н.А. “Способ обработки электротехнической стали с ребровой текстурой” АС № 1109450, СССР, МКИ³ C21D 8/12 Оpubл. БИ № 31,1984 г. 23.08.84.
22. Горланова М.А., Скулкина Н.А., Катаев В.А., Падерова Л.В., Брашеван Г.А. “Способ получения магнитострикционного материала ” АС № 1232693 СССР, МКИ³ C21D 8/12 Оpubл. БИ № 19,1986 г. 23.05.86.

23. Падерова Л.В., Кочергин В.П., Скулкина Н.А., Ястребов И.Г. “Раствор для получения электроизоляционного покрытия.” АС № 1280921 СССР, МКИ³ C21D 8/12 Оpubл. БИ № 23,1986 г. 15.09.86.
24. Ханжина Т.А., Скулкина Н.А., Широкова Е.А., Катаев В.А., Бамбуров “Состав для получения электроизоляционного покрытия на лентах аморфных и нанокристаллических сплавов, способ его приготовления и способ получения из него покрытия.” Заявка № 94027464 от 19.07.94. решение о выдаче патента от 24.08.95.,МКИ³ C23C 22/07, 22/23; C23D 5/00, 5/02, Оpubл. БИ № 10,1997 г. 10.04.97.
25. Дунаев Ф.Н., Иванченко С.Н., Горяева (Скулкина) Н.А. , Дунаева Н.Ф., Калинин В.М. Влияние магнитной текстуры на анизотропию и температурную зависимость потерь энергии при перемагничивании трансформаторной стали// Изв. АН СССР, сер физ.- 1975.-Т.39, №7.-С. 1372-1374.
26. Адамеску Р.А., Бархатов В.А., Гонионская В.В., Горланова М.А., Скулкина Н.А. Текстура и свойства изотропной электротехнической стали // Изв. АН СССР, сер физ.- 1989.-Т.53, №4.-С. 698-700.
27. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Шевченко М.В., Лыжина М.В., Казаринова Т.А., Широкова Е.А., Калабухова Е.А. Анизотропия магнитных свойств изотропных холоднокатаных электротехнических сталей // Изв. АН СССР, сер физ.- 1989.-Т.53, №4.-С. 651-654.
28. Gorlanova M.A., Skulkina N.A., Stepanova E.A., Ivanov O.A. The influence of laser treatment of amorphous alloys on the magnetic properties and their stability in time / Publ in Mater. 9th International conference on Rapidly quenched and metastable materials (Bratislava, August 25-30,1996),1997.-P.262-264.
29. Skulkina N.A., Stepanova E.A., Gorlanova M.A., Ivanov O.A., Khanzhina T.A. Mechanisms of influence of electroinsulation coatings on magnetic properties of amorphous soft magnetic alloys/ J. Phys. IV France.-1998.-N 8.- P. 2-67 - 2-70.
30. Горяева (Скулкина) Н.А., Дунаев Ф.Н., Иванченко С.Н. Исследование температурной зависимости удельных потерь энергии монокристаллов кремнистого железа/ Сб. трудов Уральского госуниверситета “Магнитные, механические, и электрические свойства ферромагнетиков.-Свердловск, 1975.-С.52-58.
31. Горяева (Скулкина) Н.А., Дунаев Ф.Н., Иванченко С.Н. Исследование температурной зависимости удельных потерь энергии пермаллоев 65НП и 79НМ / Сб. трудов Уральского госуниверситета “Магнитные, механические, и электрические свойства ферромагнетиков.-Свердловск, 1975.-С.25-30.
32. Горяева (Скулкина) Н.А. , О температурной зависимости удельных потерь энергии поликристаллов Fe-65%Ni различной толщины/ Сб.: Физика магнитных пленок.- Иркутск, 1977, №10.-С.177-181.
33. Горяева (Скулкина) Н.А. , О температурной зависимости удельных потерь энергии при перемагничивании ферритов марки 600НН./ Сб.: Физика магнитных пленок.- Иркутск, 1978.-С.63-69.
34. Дунаев Ф.Н., Иванченко С.Н., Горяева (Скулкина) Н.А. , О температурной зависимости магнитных свойств поликристаллов кремнистого железа с

- различным содержанием кремния/ Сб.: Физика магнитных материалов. Калинин, 1974, вып.2.-С.77-81.
35. Катаев В.А., Горланова М.А., Скулкина Н.А., Падерова Л.В., Козлова Л.В. Влияние электроизоляционного покрытия на доменную структуру и свойства сплава Fe-3%Si / Сб.: Реальная структура и свойства твердых тел, Свердловск, 1983.-С.134-139.
 36. Скулкина Н.А., Дунаев Ф.Н., Иванченко С.Н. Температурная зависимость магнитных свойств текстурованных магнитомягких материалов/ Деп. рук. ВИНТИ №3914-84 Деп. от 14.06.84.
 37. Падерова Л.В., Кочергин В.П., Долгих С.В., Горланова М.А., Скулкина Н.А. Механизм формирования полифосфатных защитных покрытий на трансформаторной стали./ Деп. рук. г.Черкассы, справочно-информ. фонд отделения НИИТЭХИМа №38-ХП, 1986. Реф. опубл. в “Библиограф. указат. ВИНТИ “Депонированные научные работы”, 1986, №4.- С.150.
 38. Назарова Л.А., Скулкина Н.А., Иванов О.А. Аномалия частотной зависимости магнитных потерь.// В сб. “Структура и свойства нанокристаллических материалов”. Екатеринбург: УрО РАН, 1999. С.323-329.

Список использованных источников

1. Физическая энциклопедия. М.: Большая Российская Энциклопедия, 2003. - 235 с.
2. Pry R.H., Bean C.P. Calculation of the energy loss in magnetic sheet materials using a domain model // J. Appl. Phys., 1958, v. 29. – 532 p.
3. Shilling J.W., House G.L. Magnetic properties and domain structure in grain oriented 3%Si-Fe// IEEE Trans. Magn., 1974, v. 10, №2, p.195-208.
4. Драгошанский Ю.Н. Доменная структура трехосных ферромагнетиков и ее роль в формировании свойств магнитомягких сплавов: Дис. ... док. физ.-мат. наук. – Екатеринбург, 1996.- 381 с.
5. Дунаев Ф.Н. К теории потерь энергии при перемагничивании ферромагнетиков. // Изв АН СССР, сер. физич., 1975.- Т.39, №7. - С. 1358-1362.
6. Драгошанский Ю.Н., Зайкова В.А., Тиунов В.Ф. Влияние изгиба 180-градусных доменных границ на электромагнитные потери в монокристаллах кремнистого железа // Физ. мет. и металловед.-1975.-Т.39, №3.-С.519-523.
7. Bishop J.E.L. Domain wall bowing interpretation of eddy current loss measurement in a (110) <001> Si-Fe monocrystall. // IEEE Trans. Magn., 1976, v. 12, №1, p. 21-27.
8. Bishop J.E.L. Eddy current loss calculation for skew, bracket and wedge domain walls as in (110) [001] SiFe laminations. // J. Appl. Phys., 1976, v. 9, p. 291-307.
9. Филиппов Б.Н., Жаков С.В. К теории электромагнитных потерь в монокристаллических ферромагнитных листах при наличии в них доменной структуры. //Физ. мет. и металловед. 1974, т. 38, №3, с. 468-474.

10. Зайкова В.А., Старцева И.Е., Филиппов Б.Н. Доменная структура и магнитные свойства электротехнических сталей. - М.: Наука, 1992. - 272 с.
11. Kneller E. Ferromagnetismus.-Berlin: Springer-verlag,1962.
12. Дунаев Ф.Н. О потерях энергии при перемагничивании ферромагнетиков. I //Физ. мет. и металловед. 1970. Т. 29, вып. 5, С. 937-946.
13. Дунаев Ф.Н. О потерях энергии при перемагничивании ферромагнетиков. II //Физ. мет. и металловед. 1970. Т. 30, вып. 3, С. 666-668
14. Иванов Ю.В., Кандаурова Г.С. О новом механизме рассеяния энергии при движении доменной границы //Физика тв. тела,1979.- Т.21, вып. 1.-С. 294-296.
15. Мишин Д.Д., Марьин Г.А. Дислокационная теория потерь энергии в ферромагнетиках II //Изв. ВУЗов. Сер. Физика, 1972, №7, с. 67-74.
16. Kronmuller H., Fernengel W. The role of internal stresses in amorphous ferromagnetic alloys // Phys. stat. sol. (a) – 1981.- V.64. – P. 593-603.
17. Стародубцев Ю.Н., Сон Л.Д, Цепелев В.С. и др. Влияние температуры нагрева расплава на механические и магнитные свойства аморфной ленты // Расплавы.-1992.-№4.- С.76-79.
18. Хоминский М.А., Скрыбина Н.Е., Вылежнев В.П. Эффект обратимой потери жесткости в аморфных металлических сплавах// Вестник Пермского университета. Физика, 1998, Вып.4.-С.59-63.
19. Herrmann A., Schimmele L., Mossinger J., Hirscher M., Kronmuller H. Diffusion of hydrogen in heterogeneous systems // Appl. Phys. A, 2001, v.72, p. 197-208.
20. Скрыбина Н.Е., Спивак Л.В., Пименова Н.В. Диффузия и эвакуация водорода из аморфных сплавов на основе железа / 7 Всероссийская конференция с международным участием «Аморфные прецизионные сплавы: технология – свойства – применение»: Тез. докл. (Москва, 14-16 ноября 2000 г.).- Москва, 2000.- С.136.
21. Дейкстра Л., Мартиус У. Порошковые фигуры в кремнистом железе, подвергнутом действию напряжений. - пер. в сб.: Магнитная структура ферромагнетиков. М: ИЛ, 1959, с. 125-136.
22. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами. – М.: Металлургия, 1989. - 496 с.
23. Бозорт Р. Ферромагнетизм. – М.: Иностран. литература, 1956, 784 с.
24. LoBue M., Basso V., Tiberto P., Beatrice C., Bertotti G. Magnetisation process and magnetic viscosity in soft nanocrystalline materials at elevated temperature// J. of Magn. and Magn. Mater., 2001.- V. 226-230.-P.1487-1489.
25. Cha S.Y., Kim C.G., Chang S.K. Study of pinning conditiyions, magnetic domain structure and magnetic properties of laser-scribed 3% Si-steels // J. of Magn. and Magn. Mater., 2002, v. 242-245, p. 205-207.
26. LoBue M., Basso V., Tiberto P., Beatrice C., Bertotti G. Hysteresis and thermal relaxation in nanocrystalline soft magnetic materials // J. of Magn. and Magn. Mater., 2000.- V. 215-216.-P.446-448.

27. Дорофеева Е.А., Прокошин А.Ф. Магнитная анизотропия аморфных металлических сплавов на основе железа // Физ. мет. и металловед. - 1984. - Т.57, №3.- с.500-505.
28. Wan-li Zhang, Bin Peng, Ding Su at al. Stress impedance effects in flexible amorphous FeCoSiB magnetoelastic films// J. of Magn. and Magn. Mater., 2008.- V. 320.-P.1958-1960.
29. Хандрих К., Кобе С. Аморфные ферро- и ферримагнетики.: Пер. с нем.- М.: Мир, 1982.- 296 с.
30. Спивак Л.В. Скрыбина Н.Е. Природа деформационных эффектов при взаимодействии аморфных металлических сплавов с водородом и дейтерием / Седьмая Всероссийская конференция “Аморфные прецизионные сплавы: технология – свойства - применение”: Тез.докл. (Москва, 14-16 ноября 2000 г.) Москва, 2000. С. 135.
31. Полухин В.А., Сидоров Н.И., Белякова Р.М. Водород как фактор метастабильности аморфных сплавов/ 7 Всероссийская конференция с международным участием «Аморфные прецизионные сплавы: технология – свойства – применение»: Тез. докл. (Москва, 14-16 ноября 2000 г.).- Москва, 2000.- С. 134.
32. Okazaki Y., Kitagawa H., Yanasse S., Handa S. Constant permeability properties of Fe-based amorphous ribbon with inorganic coating // J. of Magn. and Magn. Mater., 2000.- V. 215-216.-P.328-330.

Подписано в печать _____ Формат 60x84 1/16
Бумага типографская. Объем 2,5 п.л. Тираж 100. Заказ № _____
Екатеринбург, 620083, пр. Ленина, 51. Типолаборатория УрГУ.